



Fonctionnement et singularités du procédé de fusion laser sélective : Illustration par application à deux superalliages à base nickel et considérations énergétiques

Frédéric Royer

► To cite this version:

Frédéric Royer. Fonctionnement et singularités du procédé de fusion laser sélective : Illustration par application à deux superalliages à base nickel et considérations énergétiques. Matériaux. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2014. Français. NNT : 2014ENMP0053 . tel-01142368

HAL Id: tel-01142368

<https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-01142368>

Submitted on 15 Apr 2015

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

**l'École nationale supérieure des mines de Paris
Spécialité Sciences et Génie des matériaux**

présentée et soutenue publiquement par

Frédéric Royer

le 23 septembre 2014

**Fonctionnement et singularités du procédé de fusion
laser sélective. Illustration par application à deux
superalliages à base nickel et considérations
énergétiques.**

*Idiosyncrasy and operating of the selective laser melting process.
Application on two nickel-based superalloy and energetic account.*

Directeur de thèse : **Yves Bienvenu**

Jury

M. Philippe Bertrand, Maître de conférences (HDR), Enise
M. Franck Tancrét, Professeur, Université de Nantes,
M. Jean-Claude Gelin, Professeur, ENSMM
M. Gérard Raison, Ancien directeur technique, Aubert & Duval
M. Yann Danis, Docteur, Turbomeca,
M. Yves Bienvenu, Professeur, CDM, ENSMP
Mme. Jasha Oosterbaan, Maître assistant, ISIGE-ENSMP

Président, Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examineur
Examineur
Examineur
Examineur

**T
H
È
S
E**

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de thèse, Yves Bienvenu, pour sa bienveillance, sa disponibilité tout au long de ma thèse, et en particulier pendant les échéances serrées des rapports biannuels, ainsi que pour la partie de ses connaissances qu'il a su me transmettre.

Je tiens ensuite à remercier l'ensemble des membres du jury à commencer par Philippe Bertrand qui a accepté de rapporter ma thèse et d'endosser le rôle de président du jury dans des circonstances un peu particulières, Franck Tancret qui a aussi accepté de rapporter ma thèse et qui s'est investi pleinement dans la correction du manuscrit, Jean-Claude Gelin et Gérard Raison pour avoir accepté de faire partie de ce jury, Yann Danis pour avoir fait le lien avec *Turbomeca* et Jasha Oosterbaan qui m'a permis d'éviter d'écrire de trop grosses bêtises dans le dernier chapitre. Je tiens également à remercier Jaime Ochoa et Nathalie Dupin pour leur présence pendant la soutenance.

J'adresse des remerciements particuliers à Fabrice Gaslain qui a accepté de faire toutes les cartographies EBSD que je lui ai demandé (et il y avait du travail !) ainsi qu'à Anne-Françoise Gourgues qui m'a consacré un peu de temps pour bien analyser et comprendre les résultats de cette méthode de caractérisation.

Mes remerciements suivants vont à mes collègues de bureau (ou de l'*aile C* plus généralement) qui m'ont supporté au quotidien pendant quelques mois voire plusieurs années. Merci donc à Pierre, Delphine, Caro, Toinou, Olivier, Vincent, Adrien et Daniel.

Je n'oublie évidemment pas tout le personnel du Centre des matériaux qui assure le bon fonctionnement des installations (informatique, parc machine, atelier, ...) de manière plus ou moins visible mais toujours indéfectible, à commencer par Olivier, Grégory, Gérard, Nicole, Fabrice, Maria, Lynh-Thy, Brigitte, René et tous les autres membres de l'atelier. Il est certain que j'oublie du monde, mais que ces personnes en soit ici remerciées.

Je ne saurais terminer cette partie sans remercier les membres de mon projet européen avec qui j'ai eu des échanges intéressants, même si pas toujours évidents, et qui ont rendus cette aventure internationale encore plus enrichissante. Je tiens à remercier spécialement Loucas Papadakis, Jeroen Risse, Thomas Kosche ainsi que Carl Hauser qui a eu le *bonheur* de supporter la charge de coordinateur du projet.

Enfin, il m'est impossible d'oublier de remercier le contribuable français qui a participé grandement au financement de ma thèse par l'intermédiaire du budget européen.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	7
1. LA FABRICATION ADDITIVE.....	12
1.1. DÉVELOPPEMENT ET PRINCIPE GÉNÉRAL DE LA FABRICATION ADDITIVE	12
1.2. LES PROCÉDÉS : HISTORIQUE, FONCTIONNEMENT ET MATÉRIAUX	14
1.2.1. L'origine - Le procédé précurseur : la stéréolithographie (<i>SL</i>)	14
1.2.2. Les procédés issus directement de la stéréolithographie	15
1.2.3. La projection laser (<i>DMD</i>).....	20
1.2.4. La fabrication d'objets par laminage (<i>LOM</i>).....	21
1.2.5. Le dépôt fil (<i>FDM</i>).....	22
1.2.6. Les procédés d'impression tridimensionnelle (<i>3DP, Inkjet printing,...</i>)	24
1.2.7. La fabrication électrochimique (<i>MICA Freeform</i>)	27
1.2.8. La propriété intellectuelle.....	28
1.3. CARACTÉRISTIQUES DE LA FABRICATION ADDITIVE	29
1.3.1. Applications.....	29
1.3.2. Intérêts	30
1.3.3. Limites	31
RÉFÉRENCES	37
2. SINGULARITÉS DU PROCÉDÉ SLM – PHYSIQUE ÉLECTROMAGNÉTIQUE.....	42
2.1. FONCTIONNEMENT D'UN SYSTÈME LASER	42
2.1.1. Cavité laser et amplification.....	42
2.1.2. Transmission par fibres optiques.....	45
2.2. PARAMÈTRES OPÉRATOIRES DU PROCÉDÉ SLM	47
2.2.1. Paramètres laser.....	47
2.2.2. Paramètres du matériau.....	62
2.3. ABSORPTION DE LA LUMIÈRE.....	66
2.3.1. Réflectivité des métaux dans l'infrarouge	66
2.3.2. Absorption des métaux dans l'ultraviolet.....	70
2.3.3. Évolution de l'absorptivité avec la température.....	72
2.3.4. Informations complémentaires	73
2.4. COMPOSITION DE LA MACHINE PHÉNIX PM100	75
2.5. MODÈLE GÉOMÉTRIQUE DU PROCÉDÉ DE FUSION SÉLECTIVE PAR LASER.....	78
2.5.1. Modèle à front plan.....	79
2.5.2. Modèle à front elliptique	81
2.5.3. Prise en compte du retrait latéral.....	89
2.5.4. Sensibilité aux paramètres par études statistiques et front parabolique	92
RÉFÉRENCES	100
3. ÉTUDE PARAMÉTRIQUE SUR INCONEL 625	104
3.1. ANALYSE DES POUDRES.....	104
3.1.1. Morphologie	104
3.1.2. Granulométrie	106
3.1.3. Compacité.....	111
3.1.4. Analyse thermique différentielle	112
3.2. ÉTUDE PARAMÉTRIQUE.....	116
3.2.1. Irradiation « unidimensionnelle »	116
3.2.2. Influence de l'écart-vecteur.....	134
RÉFÉRENCES	153

TABLE DES MATIÈRES

4. LE CAS 625	156
4.1. DESCRIPTION DE L'INCONEL 625.....	156
4.1.1. Présentation et applications du matériau	156
4.1.2. Description générale de la microstructure	157
4.2. INTÉRÊT DU MATÉRIAU ET OBJECTIF DANS LE PROJET MERLIN.....	163
4.2.1. Présentation du blindage	163
4.2.2. Étude bibliographique sur la composition et la structure d'un blindage ...	164
4.2.3. Méthodologie employée pour l'optimisation topologique	167
4.2.4. Simulation d'essai de flexion	171
4.3. ÉTUDE DU MATÉRIAU MASSIF ÉLABORÉ PAR SLM	174
4.3.1. Conditions expérimentales de l'étude	174
4.3.2. Calcul de rendement énergétique théorique	175
4.3.3. Porosité des murs	176
4.3.4. Microstructure et vitesse de solidification	178
4.3.5. Détermination de la texture des grains par <i>EBSD</i>	181
4.3.6. Mesures de dureté	190
4.3.7. Propriétés mécaniques en traction	191
RÉFÉRENCES	198
 5. LE CAS 738	 203
5.1. PRÉSENTATION DU MATÉRIAU	203
5.1.1. Composition de l'Inconel 738	203
5.1.2. Description générale de la microstructure de l'Inconel 738	204
5.1.2. Modes de durcissement de l'Inconel 738.....	215
5.1.3. Effet des éléments d'alliage	216
5.1.4. Mise en solution, vieillissement et évolution de la microstructure	216
5.2. LA FISSURATION DE L'INCONEL 738.....	225
5.2.1. La fissuration à chaud faisant intervenir une phase liquide	225
5.2.2. La fissuration au détensionnement (à température intermédiaire)	233
5.2.3. Le préchauffage	237
5.2.4. Étude de fissuration de l'inconel 738	238
5.3. ANALYSE DES POUDRES.....	240
5.3.1. Morphologie	240
5.3.2. Analyse à la microsonde de Castaing.....	240
5.3.3. Granulométrie	241
5.3.4. Compacité	242
5.3.5. Analyse thermique différentielle	242
5.4. ÉTUDE DE L'ALLIAGE PRODUIT PAR SLM.....	246
5.4.1. Microstructure	246
5.4.2. Évolution de la précipitation γ' avec les traitements thermiques.....	253
5.4.3. Analyse de la microstructure par diffraction d'électrons rétrodiffusés	256
RÉFÉRENCES	265
 6. ÉLÉMENTS DE RÉPONSE SUR LA PERTINENCE ÉNERGETIQUE DU PROCÉDÉ	 270
6.1. ÉNERGIE NÉCESSAIRE AU PROCÉDÉ SLM	270
6.1.1. Le faisceau laser : rendement volumique de conversion.....	271
6.1.2. Le faisceau laser : rendement depuis l'énergie primaire	276
6.2. DÉMARCHE POUR LA COMPARAISON DE PLUSIEURS PROCÉDÉS	277
6.3. EXEMPLE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LE PROCÉDÉ SLS	278
RÉFÉRENCES	285

TABLE DES MATIÈRES

CONCLUSION ET PERSPECTIVES	287
A. L'INTERACTION LUMIÈRE/MATIÈRE	296
A.1. SOURCES D'ÉLARGISSEMENT DES RAIES SPECTRALES	296
A.1.1. La largeur naturelle ou largeur quantique	296
A.1.2. Élargissement par collision	299
A.1.3. Élargissement par effet Doppler-Fizeau.....	301
A.1.4. Effet Stark.....	306
A.1.5. Couplage spin-orbite.....	306
A.1.6. Effet Zeeman	307
A.1.7. Isotopes.....	313
A.2. DIFFUSION D'UN PHOTON PAR UN SYSTÈME PARTICULAIRE	314
A.2.1. Diffusion élastique à basse énergie : Rayleigh et Mie.....	314
A.2.2. Diffusion inélastique à basse énergie : Râman et Brillouin.....	318
A.2.3. Diffusion élastique à haute énergie : Thomson	320
A.2.4. Diffusion inélastique à haute énergie : Compton	320
B. DÉTERMINATION DU PROFIL DES MODES TRANSVERSES D'UN LASER.....	323
B.1. MODES POUR UNE SYMÉTRIE CYLINDRIQUE	323
B.2. MODES POUR UNE SYMÉTRIE RECTANGULAIRE	324
C. GRANULOMÉTRIE ET ANALYSE D'IMAGES	326
D. LA SITUATION ÉNERGÉTIQUE EN EUROPE.....	330
D.1. DÉFINITIONS.....	330
D.1.1. Énergie.....	330
D.1.2. Entropie	330
D.1.3. Énergie primaire et énergie finale	331
D.2. L'ÉNERGIE COMME MESURE DES TRANSFORMATIONS.....	331
D.2.1. La machine, esclave moderne	331
D.2.2. Le modèle économique hors de son temps.....	333
D.2.3. La dictature de l'énergie	334
D.3. EXTRACTION DES COMBUSTIBLES FOSSILES	339
D.3.1. Le pic d'extraction.....	340
D.3.2. Le prix de l'énergie carbonée.....	343
D.4. LES ÉNERGIES RENOUVELABLES	343
D.5. LES CONSÉQUENCES EN EUROPE	344
D.6. LE DÉRÈGLEMENT CLIMATIQUE.....	344
RÉFÉRENCES	349



Introduction

Le travail de thèse présenté dans ce document a été effectué au sein du projet européen Merlin, *acronyme de Development of Aero Engine Component Manufacture using Laser Additive Manufacturing*, et qui vise à la réduction de l'impact environnemental du transport aérien civil par la construction de pièces de moteurs avec des procédés de fabrication laser par addition de matière. Le document officiel regroupant la description des tâches du projet (*description of work*) mentionne que la réduction de l'impact environnemental est attendue à plusieurs niveaux.

Il s'agit tout d'abord d'une économie de matière. Traditionnellement, les composants de moteur aérien sont fabriqués par des technologies soustractives, c'est-à-dire par usinage d'un bloc de matière, afin d'obtenir la forme recherchée. Cela crée une grande quantité de « déchets » notamment sous forme de copeaux. Il n'est pas rare que la masse de la pièce finale ne représente qu'un dixième de la masse du bloc, ce qui représenterait 90 % de déchet. Un effet bénéfique des techniques de fabrication laser par addition de matière (*additive manufacturing, AM*) interviendrait directement à ce niveau. En effet, de par leur nature additive, ces technologies auraient le potentiel d'atteindre un taux de déchet pratiquement nul. De plus, une réutilisation de la matière non utilisée serait permise.

En outre, les technologies additives permettent la fabrication de pièces aux formes complexes. Il est donc question d'optimiser les performances d'une pièce tout en diminuant sa masse en créant des zones évidées. La masse de certaines pièces peut être réduite jusqu'à 40%. Ces gains de matière et de performances permettraient de réduire la formation de gaz à effet de serre (GES) lors du fonctionnement du moteur.

Un autre effet bénéfique potentiel des technologies additives est la diminution de l'utilisation de composés chimiques toxiques. En effet, contrairement aux machines d'usinage, les appareils utilisés en fabrication additive sont essentiellement des lasers, ce qui permet d'économiser, entre autres, plusieurs milliers de tonnes de liquide de refroidissement.

Afin de pouvoir répondre à cette volonté officielle de préservation environnementale, différents objectifs, correspondant à des axes de recherches différents, ont été établis par les quatorze partenaires du projet : *Rolls Royce PLC, Wytownia Sprzetu Komunikacyjnego PZL – Rzeszow S.A., Industria de Turbo Propulsores S.A., MTU Aero Engines GmbH, LPW Technology Ltd., Turbomeca S.A., Volvo Aero Corporation AB, The Welding Institute Limited, Institut für Lasertechnik ILT Fraunhofer – Gesellschaft zur Förderung der Angewandten Forschung E.V., Armines, Asocicion Centro de Investigacion en Tecnologias de Union Lortek, BCT Steuerungs und DV-Systeme GmbH, Hogskolan Vast et Frederick Research Center.*

Les travaux effectués pour cette thèse s'attachent essentiellement à comprendre le procédé de fusion sélective par laser, les relations procédé – microstructure – propriétés, et à discuter de sa pertinence au niveau du gain environnemental.

Le procédé a été étudié avec deux superalliages à base nickel : l'Inconel 625 et l'Inconel 738. L'étude de l'inconel 625 répond à la volonté de *Turbomeca* de produire des pièces de *blindage* mécanique pour des moteurs d'hélicoptères. Le blindage est une pièce massive dont la géométrie peut être modifiée pour être allégée. Ce travail passe par une optimisation

topologique, dont une tentative sera succinctement présentée. Le procédé de fusion sélective par laser montre là tout son intérêt en pouvant produire des géométries complexes.

Quant à l'Inconel 738, son étude reprend la volonté de *Turbomeca* de raccourcir le temps de développement de *distributeurs haute pression* en utilisant la capacité du procédé à fabriquer des pièces rapidement depuis la conception assistée par ordinateur. Il s'agit là encore d'une pièce de moteur, mais qui est située dans une partie plus chaude et donc qui nécessite un bon comportement mécanique à chaud. Ces propriétés mécaniques sont obtenues en ajoutant de l'aluminium et du titane à la matrice de nickel ce qui durcit l'alliage mais le rend sensible à la fissuration à chaud. À terme, l'objectif est de produire des pièces en Inconel 738 non fissurées par le faisceau laser et qui permettent de passer les tests de qualification au niveau des nouvelles géométries. La fabrication de pièces en Inconel 738 a été confiée à l'ILT – *Fraunhofer* au sein du projet, tandis qu'une part de l'analyse microstructurale l'a été à *Armines*, sans que tous les paramètres de fabrication ne soient communiqués.

La compréhension du procédé est découpée en cinq chapitres. Le premier chapitre, bibliographique, est conçu pour donner une vision générale du concept de fabrication additive. Il donne une présentation de nombreux procédés différents, sur la base de leur développement chronologique, et essaye de mettre en lumière les avantages de ces procédés, ainsi que les points qui restent à améliorer tout en détaillant quelques limites techniques difficilement contournables.

Le deuxième chapitre est plus orienté vers le procédé de fusion sélective par laser. Après une brève explication du fonctionnement d'un dispositif laser, la première partie du chapitre s'attache aux différents paramètres opératoires ainsi qu'à leur influence qualitative sur le procédé. La deuxième partie du chapitre s'attache plus à la compréhension du chauffage de la matière sous le faisceau laser. Il s'agit donc, sur une base bibliographique, de déterminer les mécanismes de transfert de l'énergie électromagnétique en énergie thermique ; le transfert n'est pas trivial. La troisième et dernière partie du chapitre décrit les différentes étapes de fonctionnement du procédé ce qui permet de mettre en équation le mouvement du piston de fabrication et de déterminer un modèle géométrique de consolidation de lit de poudre.

Le troisième chapitre est essentiellement expérimental. Dans un premier temps, il présente l'étude des particules de poudre de l'Inconel 625, matériau de base du procédé, selon différents aspects : granulométrie, morphologie et analyse thermique. À la suite de cette caractérisation, une étude paramétrique unidimensionnelle des paramètres laser sur la consolidation du lit de poudre est présentée et suivie d'une étude bidimensionnelle. La forme des cordons produits est discutée et analysée par l'intermédiaire de considérations énergétiques faisant intervenir une notion de rendement du faisceau laser. Ces études paramétriques et l'analyse qui en est faite permettent de choisir des paramètres de fabrication efficaces.

Ces paramètres de fabrication sont étudiés dans le quatrième chapitre pour lequel ils ont été utilisés pour produire des pièces tridimensionnelles sous forme de murs. Après une partie bibliographique tâchant de décrire la métallurgie de l'Inconel 625, puis une partie décrivant brièvement les travaux effectués sur l'optimisation topologique du blindage, l'évolution de la microstructure avec l'intensité énergétique utilisée est étudiée. Cette évolution est essentiellement discutée sur la base de la porosité de l'alliage, de sa dureté ainsi que de la structure des grains, c'est-à-dire leur orientation et leur texture cristallographique. Enfin, un lien tente d'être fait entre la microstructure produite et les propriétés mécaniques de l'alliage. Ainsi, les chapitres 3 et 4 permettent de définir un triptyque procédé – microstructure – propriétés mécaniques pour le premier alliage de l'étude.

Le cinquième chapitre ne présente pas ce triptyque puisque les paramètres du procédé ne sont pas tous connus pour l'Inconel 738. Ce chapitre commence par une longue partie bibliographique pour présenter l'alliage, ainsi que sa susceptibilité à la fissuration provenant de l'abondance de la phase précipitée γ' . Il décrit ensuite l'étude des particules de poudre, basée sur des expériences similaires à celles faites pour l'Inconel 625 et montre un comportement sensiblement différent. L'alliage massif produit par l'ILT est ensuite analysé, essentiellement au niveau de la microstructure. Là-encore, il présente un comportement différent de l'Inconel 625.

Le matériau brut a été soumis à différents traitements thermiques, et l'état de précipitation est observé et discuté. Malgré la méconnaissance des paramètres de fabrication, l'histoire thermique de la fabrication peut être approximativement retracée à partir de l'échelle de la microstructure. Ce chapitre tente d'apporter quelques éléments de réponse quant à la fissuration après fusion sélective par laser.

Finalement, après une analyse de la situation de l'approvisionnement énergétique européen, le sixième et dernier chapitre traite la question du gain environnemental par le prisme de l'énergie et notamment de l'énergie grise, à travers le calcul du rendement du faisceau laser. Ce chapitre est clos par une rapide analyse énergétique basée sur une recherche bibliographique et appliquée à un produit polymère. Bien qu'incomplète, cette analyse permet de mettre en application certains concepts évoqués et indique le type de justification à fournir lorsqu'il est question de changer un procédé de fabrication au profit d'un procédé additif pour valider l'argument environnemental, voire économique.

La fabrication additive

1. LA FABRICATION ADDITIVE	12
1.1. DÉVELOPPEMENT ET PRINCIPE GÉNÉRAL DE LA FABRICATION ADDITIVE	12
1.2. LES PROCÉDÉS : HISTORIQUE, FONCTIONNEMENT ET MATÉRIAUX	14
1.2.1. L'origine - Le procédé précurseur : la stéréolithographie (<i>SL</i>)	14
1.2.2. Les procédés issus directement de la stéréolithographie	15
1.2.2.1. Le flashage (<i>SGC</i>)	15
1.2.2.2. Le frittage sélectif par laser (<i>SLS/DMLS</i>)	16
1.2.2.3. La fusion sélective par laser (<i>SLM</i>)	19
1.2.2.4. La fusion sélective par faisceau d'électron (<i>EBM</i>)	19
1.2.3. La projection laser (<i>DMD</i>)	20
1.2.4. La fabrication d'objets par laminage (<i>LOM</i>)	21
1.2.5. Le dépôt fil (<i>FDM</i>)	22
1.2.6. Les procédés d'impression tridimensionnelle (<i>3DP, Inkjet printing,...</i>)	24
1.2.7. La fabrication électrochimique (<i>MICA Freeform</i>)	27
1.2.8. La propriété intellectuelle	28
1.3. CARACTÉRISTIQUES DE LA FABRICATION ADDITIVE	29
1.3.1. Applications	29
1.3.2. Intérêts	30
1.3.3. Limites	31
RÉFÉRENCES	37

1. LA FABRICATION ADDITIVE

Ce chapitre a pour but de présenter brièvement un certain nombre de procédés de fabrication additive afin de dresser un panorama des différentes technologies existantes et de montrer ce qu'il est possible de réaliser. Le fonctionnement de chacun de ces procédés sera brièvement décrit après une partie historique, expliquant l'origine de leur développement. Il n'est pas pour objectif de rentrer dans le détail des paramètres des procédés à ce niveau. Après une courte exposition des applications possibles, une étude d'intérêt sera présentée pour l'ensemble du concept de fabrication additive. En outre, ce chapitre n'a pas pour but de faire un recensement exhaustif de tous les procédés de fabrication additive existant. Il s'agit bel et bien de donner une base de connaissance, tout en mentionnant l'existence de quelques curiosités.

Le lecteur déjà au fait des différentes technologies de fabrication additive, de leurs possibilités et de leurs limitations peut sauter ce chapitre.

1.1. DÉVELOPPEMENT ET PRINCIPE GÉNÉRAL DE LA FABRICATION ADDITIVE

À l'origine, avant la naissance à proprement parler de la fabrication additive, il y avait le prototypage rapide. Celui-ci avait été développé au milieu des années 1980, pour répondre au besoin industriel pressant de diminuer le coût des prototypes lors du développement de nouveaux produits en vue d'une introduction sur le marché. En effet, avant le prototypage rapide, la tâche était longue et, bien souvent, très chère : dessin technique, vérification, fabrication des nouveaux moules ou de la pièce par usinage après conception de nouveaux outils, si nécessaires, reprise du dessin ou concept si la pièce ne répondait finalement pas à toutes les attentes. Des technologies ont donc vu le jour afin de fabriquer facilement et rapidement une pièce, pas forcément dans la même matière, sans passer par les phases de développement de nouveaux moules et d'outillages. Ces progrès ont notamment été permis grâce au développement de la micro-électronique et de l'informatique, puis de la mécatronique. En effet, tous les procédés développés pour les besoins d'alors, s'appuient sur la conception assistée par ordinateur (CAO). Cette dernière permet de concevoir intégralement une pièce de façon numérique en y spécifiant toutes les dimensions. À la sortie du logiciel de CAO, un fichier au format standard *stereolithography* ou *.stl* est créé. Il est ensuite lu par l'instrument chargé de la fabrication, qui reconnaît les données. Il s'opère alors un découpage numérique de la pièce en sections de faibles épaisseurs, typiquement de quelques unités à quelques dizaines de microns. La pièce est ensuite construite couche par couche suivant les sections définies par le tranchage : le prototype était fabriqué plus rapidement que jamais.

Depuis, des améliorations ont été apportées aux instruments et ont permis à ces technologies de dépasser la simple conception de prototypes pour être vues comme viables dans la fabrication de pièces fonctionnelles : c'est la fabrication additive, ou fabrication directe. Le choix des matériaux disponibles s'est élargi, depuis les polymères et notamment les polyamides aux alliages cuivre-étain, puis à presque tous les métaux.

Actuellement il n'est plus trop question, dans l'idée, de prototypage, mais bel et bien de fabrication directe, même si la distinction n'est pas toujours bien définie¹. Les technologies se sont développées jusqu'alors, avec le leitmotiv industriel traditionnel qui est l'augmentation du bénéfice, avec toutes ses implications physiques : réduction des coûts, fixes ou variables, réduction des délais de fabrication, augmentation de la productivité, etc. et ses implications sociales... Si, à l'époque, il s'agissait de faire des économies sur l'élaboration d'un prototype, il s'agit maintenant de transférer le gain financier à l'ensemble de la (petite) série tout en assurant une bonne qualité. Globalement les enjeux restent les mêmes et sont surtout technico-économiques. Le projet *Merlin* ajoute à sa liste d'intérêts manifestes, celui de l'environnement, en s'efforçant de quantifier le bénéfice...

¹ Il s'agit là uniquement d'une différenciation sémantique, car les concepts de base sont rigoureusement identiques, qui profite plutôt à l'ancienne appellation...

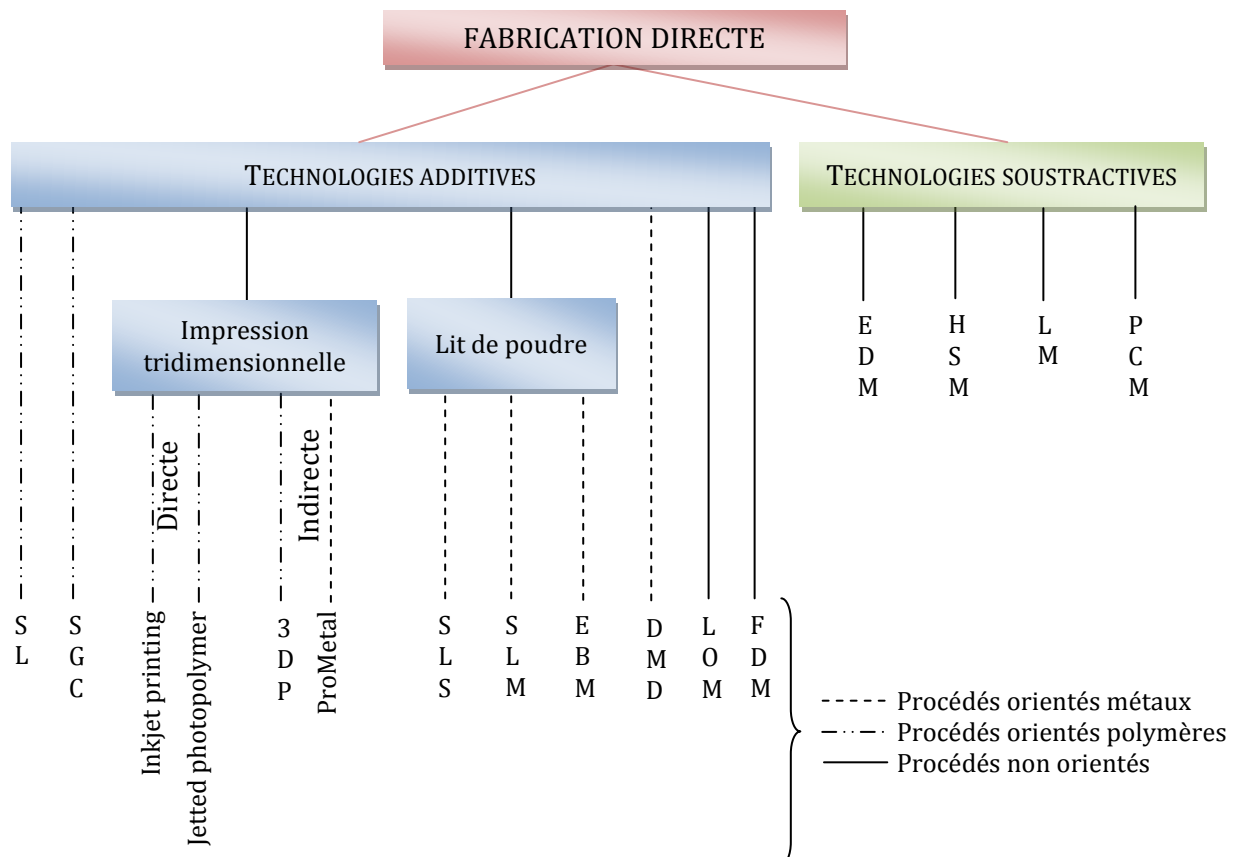
Les objectifs de la fabrication directe, déjà plus ou moins révélés, sont la réalisation rapide, flexible et automatisée de pièces fonctionnelles et l'assurance d'un bon respect des géométries et de l'état de surface requis pour l'application. Elle doit, dans l'idéal, garantir à ses pièces des propriétés d'emploi au moins égales aux propriétés de la même pièce élaborée par des procédés plus classiques comme la fonderie, la forge, ou encore le moulage par injection.

En considérant que tous les procédés de fabrication directe sont basés sur l'utilisation d'un modèle de la pièce, en trois dimensions, développé par CAO, il peut être défini deux différents types de technologie : la soustractive et l'additive.

La technologie soustractive consiste à supprimer progressivement de la matière d'un bloc. Elle s'apparente donc très fortement à un simple usinage. Cette technologie regroupe, par exemple, les procédés d'usinage à grande vitesse, d'électroérosion, de découpage laser et de gravure photochimique, respectivement *high speed milling (HSM)*, *electrical discharge machining (EDM)*, *laser machining (LM)* et *photochemical machining (PCM)*. Ces procédés ne seront pas plus détaillés.

En ce qui concerne les procédés additifs (*additive manufacturing*), ceux-ci peuvent être classés en deux catégories, suivant si la matière est fondue, ou non, pendant l'élaboration. Le matériau, que ce soit un polymère, un métal ou une céramique, se présente initialement sous forme de poudre, de fil solide, ou bien de liquide quand cela lui est permis. Il est ensuite consolidé par l'intermédiaire d'une source d'énergie. Il peut s'agir d'un laser, d'un faisceau d'électron, d'un rayonnement UV ou bien, plus rarement, d'un plasma [MIR07] [ZHA03] [ZOU09], pouvant être couplé à un laser [QIA08].

La Figure 1.1 regroupe un certain nombre de procédés qui sont mentionnés dans ce chapitre.



1.2. LES PROCÉDÉS : HISTORIQUE, FONCTIONNEMENT ET MATÉRIAUX

1.2.1. L'origine - Le procédé précurseur : la stéréolithographie (SL)

À la fin des années 1960, les photopolymères ont été développés et se sont rapidement vus être utilisés dans de nombreuses applications commerciales, notamment les industries qui relevaient de l'impression ou du revêtement. Au début des années 1980, Charles « Chuck » W. Hull balaya la surface d'un matériau d'impression qui était sous forme liquide, à l'aide d'un faisceau laser, suivant un système similaire à celui utilisé dans les imprimantes laser. Il découvre alors qu'il est possible de produire une pièce solide, par polymérisation de la matière liquide. En réticulant successivement des couches de polymère, il fabrique des géométries solides en trois dimensions. C'est la naissance du prototypage rapide et le début de la stéréolithographie ou *stereolithography*, comme l'a dénommé Hull dans son brevet américain *U.S. Patent 4,575,330, Apparatus for Production of Three-Dimensional Objects by Stereolithography*, déposé le 8 août 1984. [GIB10] [HUL84]

Peu après sa découverte, Charles Hull cofonde la compagnie *3D Systems* (Rock Hill, Caroline du Sud, États-Unis) qui fabrique les premières machines de prototypage rapide pour l'industrie. La technologie, qu'il décrit en détail et développe, nécessite une grande cuve de résine liquide. Des articles avaient été préalablement publiés sur le même concept, par Hideo Kodama, au Japon, en 1980 et Jean-Claude André, en France, en 1984, mais aucun des deux ne l'a commercialisé. Hull s'est aperçu que le concept de la stéréolithographie ne se limitait pas qu'aux matériaux liquides, et son premier brevet s'applique pour tous matériaux capables de se solidifier (« *material capable of solidification* ») ou d'altérer son état physique (« *material capable of altering its physical state* »).

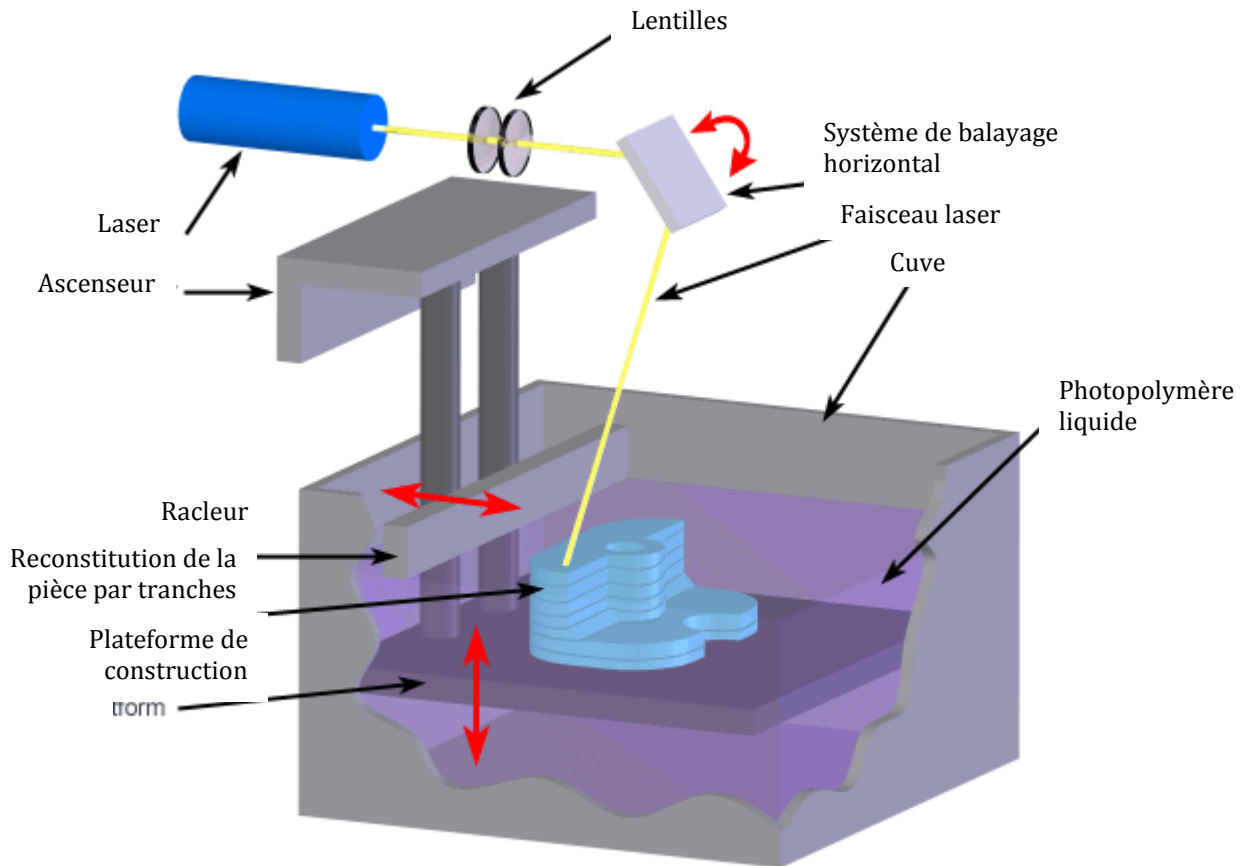
Depuis lors, de nombreux procédés et technologies se basant sur la stéréolithographie se sont développés. À mesure que ces procédés ont émergé, le nom de stéréolithographie est resté associé aux résines liquides présentes dans les premières machines, bien que Hull et *3D Systems* aient défini le terme plus largement. Un procédé comme le frittage sélectif par laser est donc une forme de stéréolithographie puisqu'il s'agit de la solidification de couches d'un médium pulvérulent capable d'altérer son état physique. Avec le temps, Hull et ses collègues ont construit un large portefeuille de brevets, couvrant de nombreux aspects fondamentaux des technologies de fabrication additive. Ainsi, il est l'instigateur de la préparation des données sous format *stereolithography* ou *.stl*, du découpage en tranches des pièces, de certaines stratégies de construction croisée, etc. Les brevets de stéréolithographie sont toujours pertinents pour une grande quantité de procédés de fabrication additive. [SHa04]

La suite du paragraphe détaille le procédé *SL*, représenté sur la Figure 1.2, suivant le sens qu'il a pris actuellement : solidification d'une résine liquide.

À l'intérieur de la cuve de résine, se situe un plateau mû par un mouvement vertical. Celui-ci, initialement à la surface du liquide, s'enfonce dans le liquide, d'une distance égale à celle de la couche à consolider. Cette dernière est de quelques dizaines à centaines de microns. L'étape d'enfoncement du plateau est répétée jusqu'à formation de la pièce, qui est ensuite extraite du bac pour être égouttée.

La consolidation de la résine se fait par irradiation laser. Suivant le modèle de la machine et le type de matière à polymériser, différentes radiations sont utilisées. Il peut s'agir d'un faisceau laser UV hélium-cadmium HeCd, de longueur d'onde 325 nm, ou bien d'un laser d'argon ionisé Ar⁺ de double longueur d'onde 351 nm et 363 nm. Des chercheurs japonais ont aussi développé un laser d'azote N₂ pour augmenter la rentabilité du procédé [SAT00].

Pour certaines applications, d'autres types de rayonnement peuvent être utilisés pour la réticulation des photopolymères commerciaux. Ceux-ci incluent le faisceau d'électrons, les rayons gamma, les rayons X et, parfois même, le rayonnement visible. Ce dernier, par exemple, est l'outil de l'odontologie [GIB10].



Copyright © 2008 CustomPartNet

Figure 1.2 - Schéma descriptif du procédé de stéréolithographie. [CUS10] Traduction de l'auteur.

1.2.2. Les procédés issus directement de la stéréolithographie

1.2.2.1. Le flashage (SGC)

Le procédé de fabrication additive par *flashage*, aussi plus connu sous le nom de *solid ground curing*, (SGC) a été développé en 1987 par *Cubital Ltd* (Ra'anana, Israël) avant d'être commercialisé en 1991. Le procédé est très similaire à la stéréolithographie, au sens actuel, puisqu'il s'agit, dans les grandes lignes, de photopolymériser une résine liquide. Dans le cas présent, toute la couche est réticulée d'un coup.

Une fine couche de résine photosensible est pulvérisée sur une plateforme. L'appareil développe ensuite un photo-masque sur une plaque de verre qui est aligné au-dessus de la couche de résine. Le masque est alors irradié par une lampe UV. Un peu à la manière d'un pochoir qui empêche la peinture aérosol de se déposer partout, le masque ne laisse passer la lumière que par les zones transparentes. La résine est sélectivement durcie. La partie non solidifiée est retirée. Une cire fondue est pulvérisée là où la résine a été retirée. La couche est ensuite rendue plane et lisse, à la bonne hauteur. La pièce subit alors un balayage longitudinal par une lampe UV puissante pour terminer la réticulation. Une nouvelle couche de résine est

appliquée et le cycle recommence [CHU03]. Le procédé est représenté sur la Figure 1.3. Il s'apparente à celui de photolithographie, en microélectronique.

En fin de fabrication, la cire est retirée par dilution dans un solvant.

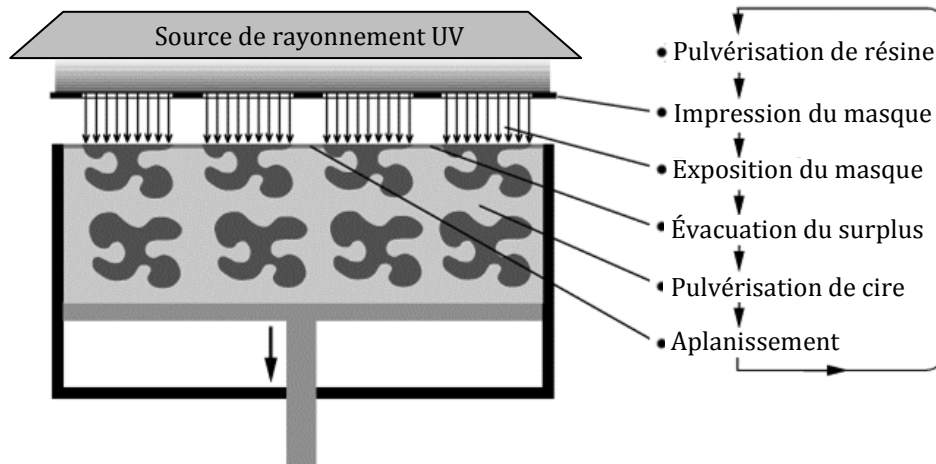


Figure 1.3 – Schéma descriptif du procédé du procédé de flashage. Traduction de l'auteur.

Il peut être compté, comme inconvénients du procédé, le fait que le système occupe une place importante. D'autres technologies de fabrication additive ont besoin de moins d'espace pour fabriquer la même pièce. Après élaboration de géométries compliquées, la cire n'est pas toujours facilement retirable, en particulier dans les coins et cavités. Le procédé, relativement bruyant comparé aux autres, produit aussi quelques déchets lors du lissage de la strate en construction. Les copeaux de matière doivent être retirés.

Cependant, ce procédé est économique, rapide et auto-supportant. Les pièces fabriquées sont robustes, précises et fiables et peuvent être soumises à une finition par action mécanique. La structure est stable et résistante de par le fait que la matière est réticulée. Le retrait est faible, les contraintes internes se développent peu, la pièce n'est pas fragile. En outre, il n'y a pas d'émission d'odeurs et de composés dangereux puisque la résine ne reste sous forme liquide que très peu de temps et est évacuée immédiatement après usage. [CHU03]

1.2.2.2. Le frittage sélectif par laser (SLS/DMLS)

L'idée de la génération de pièces métalliques par amalgame de poudre en utilisant un faisceau laser n'est pas neuve et remonte à quelques années avant l'existence même du concept de prototypage rapide. Le 28 décembre 1971, le français Pierre Ciraud déposa un brevet [CIR71] décrivant une méthode de fabrication de pièce de géométrie quelconque à partir d'une poudre métallique déposée sur un substrat et consolidée par un rayon d'énergie. Son invention, bien que peu ressemblante aux machines actuelles, peut être vue comme un ancêtre des technologies de fabrication en trois dimensions. En effet, l'idée propre à cette invention, ainsi que son but, sont toujours d'actualité : la fabrication de pièces de géométrie complexe sans le besoin d'un moule (« *The invention makes possible the manufacture of parts which can have extremely complex shapes without the need for casting moulds.* »). À l'époque, faute de technologies laser et informatiques présentant une maturité suffisante, le procédé n'était pas prêt à la commercialisation.

Huit ans plus tard, le 3 décembre 1979, l'inventeur indépendant Ross F. Housholder déposa un brevet [HOU79] sur un procédé qui ressemble aux systèmes commerciaux de frittage laser utilisés actuellement. L'invention avait pour but de fournir un nouveau procédé, unique, de moulage de pièces tridimensionnelles, formées par couches, et qui serait commandé par la technologie moderne informatique (« [...] *provide a new and unique molding process for forming*

three-dimensional articles in layers and which process may be controlled by modern technology such as computers. »). Il est précisé, dans la description, que des particules fusibles sont utilisées pour former chaque couche et que celles-ci sont fusionnées sélectivement par un laser aux endroits idoines (« *fusible particles are employed to form each layer which is then selectively fused by a laser beam to fuse an area in each layer which defines that portion of the articles in the layers.* »). À cette époque, à cause du prix exorbitant des lasers, Housholder n'a pu tester complètement que des techniques ne requérant pas de laser. Ainsi, son invention n'a pas été commercialisée et est restée relativement discrète jusqu'à ce que *DeskTop Manufacturing Corporation* (DTM, Washington D.C., États-Unis) ne la découvre, lorsque la compagnie cherchait à déposer ses propres brevets. Elle a alors acquis les droits d'exploitation.

En 1986, un étudiant de l'université du Texas (*University of Texas at Austin – UT Austin*, Texas, États-Unis), Carl Deckard, a commencé à étudier une technique similaire à celle développée par Charles Hull, mais avec un matériau de base pulvérulent. Après avoir appelé son procédé *part generation by layerwise selective sintering*, il le renomma *selective laser sintering* (SLS), ou frittage sélectif par laser. Le concept de l'appareil, décrit dans le brevet qu'il déposa le 17 octobre 1986 [DEC86], est sensiblement identique à celui de Householder. Cependant, cette fois-ci, des expériences ont pu être réalisées avec un laser. Il s'agissait d'un laser de 100 W de grenat d'yttrium-aluminium dopé au néodyme, ou *Nd-YAG* pour l'acronyme *neodymium-doped yttrium aluminium garnet*, choisi pour son coût inférieur au laser CO₂. Ce dernier est d'ailleurs plutôt préféré pour la consolidation de métaux et alliages. Le premier matériau testé avec le laser *Nd-YAG*, était l'acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS²), mais le procédé ne se limite pas aux matériaux polymères. La technologie, possédée par l'université du Texas, a été accréditée à une compagnie créée spécifiquement pour sa commercialisation : DTM. [SHa04] Deckard cofonda DTM en février 1989 avec un des ses professeurs qui l'aida à développer le procédé pour le rendre commercial, Joseph « Joe » Beaman. En 2001, la société est rachetée par *3D Systems*.

Le 24 mars 1988, Frank Arcella de *Westinghouse Electric Corporation* (Monroeville, Pennsylvanie, États-Unis) dépose un brevet pour assortir le procédé d'un système de gaz protecteur [ARC88]. Le 7 avril 1989, le finlandais Nyrhilä inventa un nouveau concept au niveau de la poudre, pour permettre un frittage sans pression et avec un très faible retrait [NYR90].

Jusque-là, aucun des appareils développés ne permettait réellement la consolidation directe de métal. Il s'agissait surtout de techniques de consolidation indirecte, par amalgame de poudres métalliques recouverte de polymère puis par imprégnation d'un métal liquide secondaire après déliantage de la phase organique.

Des études ont été menées à l'*UT Austin*, en 1989 et 1990 pour développer un système permettant le frittage laser direct de poudres métalliques, ou *direct metal laser sintering* (DMLS), mais ce ne fut pas un franc succès. Les deux procédés SLS et DMLS sont en fait identiques, mais l'appellation DMLS fait plus particulièrement référence à la consolidation de poudre métallique. Au début des années 1990, d'autres laboratoires ont fait des recherches pour développer un tel système et, en 1994, les premiers succès sont apparus dans les institutions *Fraunhofer institute for production technology* (*Fraunhofer IPT*, Aachen/Aix-la-Chapelle, Rhénanie-du-Nord-Westphalie, Allemagne) sur un l'acier inoxydable 316L et *Katholieke Universiteit Leuven* (*K.U.Leuven*, Leuven/Louvain, Belgique) sur un alliage Fe-Cu.

Nyrhilä décida d'utiliser son invention pour le DMLS, ce qui mena l'allemand *Electro Optical System GmbH* (EOS, Krailling, Bavière, Allemagne) et le finlandais *Electrolux Rapid Development* (ERD, Rusko, Finlande) à collaborer, en 1994, en combinant leurs expertises

² Le copolymère acrylonitrile-butadiène-styrène est un polymère thermoplastique qui a de bonnes propriétés de résistance aux chocs. Il est largement utilisé dans l'électroménager et fait souvent office de matériaux de corps pour les cafetières. Les consoles de jeux vidéo (Super Nintendo, Playstation, X-box, etc.) ont leurs coques ainsi que leurs accessoires fabriqués en ABS. La célèbre brique de *Lego*, est aussi faite en ABS.

respectives : la technologie du frittage laser sur polymères et la métallurgie des poudres. Le premier appareil commercial de *DMLS* a été disponible à l'été 1995.

Le procédé de frittage sélectif par laser, ou *selective laser sintering (SLS)* est un procédé basé sur la consolidation d'un lit de poudre. Une fine couche de poudre est étalée sur une plateforme à l'aide d'un bras ou d'un rouleau racleur. L'enceinte de travail est généralement remplie avec un gaz neutre, azote ou argon, pour éviter l'oxydation de la poudre. Pour faciliter le frittage, et réduire la puissance du laser requise, la poudre peut être chauffée par rayonnement infrarouge (IR). Le frittage s'effectue sélectivement, à l'aide d'un laser, sur la poudre selon la géométrie définie par la tranche du modèle CAO. La poudre environnante non frittée sert de support à la couche suivante, si nécessaire. Une fois la couche terminée, la plateforme de construction s'abaisse d'une épaisseur de couche tandis que la plateforme de réserve de poudre s'élève de la même hauteur et permet l'étalement d'une nouvelle couche de poudre à fritter. Le procédé de construction est représenté sur la Figure 1.4.

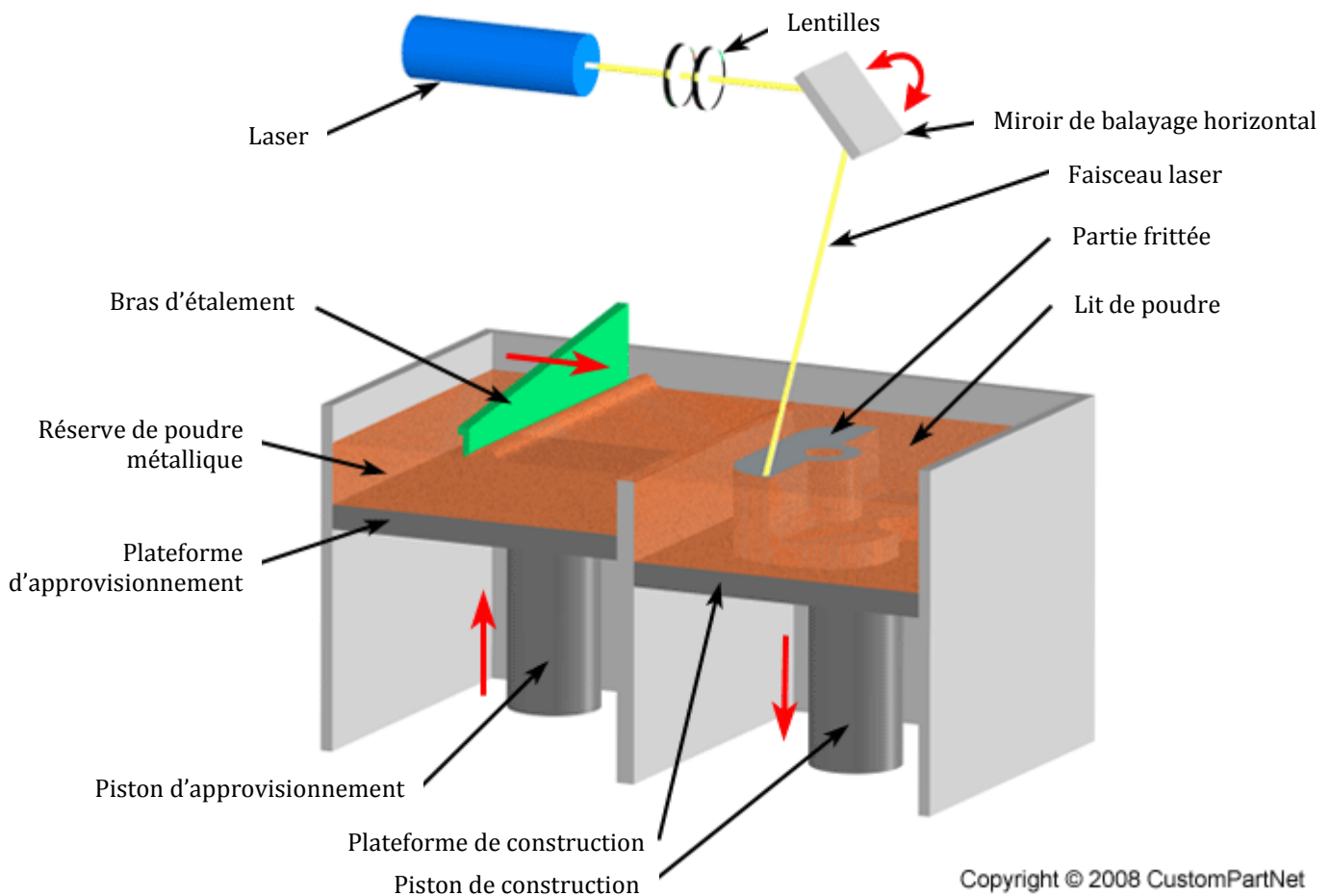


Figure 1.4 – Schéma descriptif du procédé de frittage sélectif par laser. [CUS10] Traduction de l'auteur.

Une fois la pièce terminée, un temps de refroidissement est nécessaire afin de pouvoir manipuler la pièce et l'exposer à l'air, à température ambiante. Dans le cas d'une exposition prématurée de l'enceinte de construction à l'air, la poudre restante peut s'oxyder et la pièce se déformer à cause d'une contraction thermique non homogène. Finalement, la pièce est retirée de la poudre qui peut être, dans une certaine mesure, réutilisée. [GIB10]

1.2.2.3. La fusion sélective par laser (SLM)

En 1990, les physiciens allemands Matthias Fockele et Dieter Schwarze fondent la compagnie *Fockele&Schwarze Stereolithographietechnik GmbH (F&S, Bielfeld, Rhénanie-du-Nord-Westphalie, Allemagne)*. Celle-ci s'occupe du développement et de la production d'équipement de stéréolithographie pour la production de prototypes plastiques. En 1995, elle commence le développement de production de pièces métalliques. Suite à un brevet délivré en 1997, la compagnie livre la première machine de *SLM, FS-ReaLizer*, à *Forschungszentrum Karlsruhe GmbH (FZK, Eggenstein-Leopoldshafen, Bade-Wurtemberg, Allemagne)* en 1999. En 2002, le système est commercialisé et distribué par *Mining & Chemical Products Group (MCP Group, Tilly, Belgique)*. Deux ans plus tard, en 2004, Fockele fonde *ReaLizer GmbH*. [GEB03] [REA10]

Le procédé de fusion sélective par laser ou *selective laser melting (SLM)* est aussi un procédé basé sur la consolidation d'un lit de poudre. À ce titre, le principe de fonctionnement de la machine est similaire à celui du frittage sélectif. Toutefois, si ce dernier procédé est basé sur la l'agglomération des poudres par voie solide, le *SLM* est basé sur une fusion des poudres par voie liquide. Dans le cas du *SLS*, il serait d'ailleurs plus judicieux de parler d'amalgame ou de consolidation que de fusion pour éviter toute confusion. Il y a là une différence notable sur laquelle il est nécessaire d'insister car les phénomènes physiques mis en jeu sont sensiblement différents. À ce titre il peut être remarqué que Housholder fait clairement la différence car il emploie à de nombreuses reprises, dans son brevet sur le procédé *SLS*, le terme *fuse* (voir page 17 « ... *selectively fused by a laser beam to fuse...* ») par opposition à *melt*.

S'agissant du procédé de fabrication étudié lors de cette thèse, il fait l'objet d'une description plus importante dans le chapitre suivant.

1.2.2.4. La fusion sélective par faisceau d'électron (EBM)

La fusion par faisceau d'électron ou *electron beam melting (EBM)* a été développée à *Chalmers University of Technology* (Göteborg, Suède). La commercialisation s'est faite par la société suédoise *Arcam AB* (Mölndal, Suède), en 2001. Le procédé est parfois simplement appelé *procédé Arcam*.

L'*EBM* est aussi un procédé basé sur la fusion d'un lit de poudre. Cependant, contrairement au *SLM* et comme son nom l'indique, la fusion a lieu à l'aide d'un faisceau d'électrons. Il existe un certain nombre de différences, résumées dans le [Tableau 1.1](#), entre ces deux procédés. Si certaines de ces différences sont inhérentes à la présence d'un faisceau d'électrons, d'autres sont plutôt dues à des choix techniques et ne sont donc pas liées au concept en lui-même.

Caractéristique	Fusion par faisceau d'électron	Fusion sélective par laser
Source thermique	Faisceau d'électron	Laser
Atmosphère	Vide	Gaz neutre
Système de balayage	Bobines défectrices	Galvanomètres
Vitesse de balayage	Très rapide, piloté magnétiquement	Limité par l'inertie du galvanomètre
Absorption d'énergie	Limitée par conduction	Limitée par absorption
Préchauffe de poudre	Utilisation du faisceau d'électron	Utilisation d'infrarouge
Coût énergétique	Modéré	Élevé
État de surface	De modéré à mauvais	D'excellent à modéré
Résolution	Modérée	Excellente
Matériaux	Métaux (conducteurs)	Polymères, métaux et céramiques

Tableau 1.1 – Différences entre les procédés de fusion par faisceau d'électron et de fusion sélective par laser. Extrait de [GIB10].

1.2.3. La projection laser (DMD)

Le procédé de projection laser ou *direct metal deposition* (DMD), et parfois appelé rechargement laser, a été développé par Jyoti Mazumder à l'université de l'Illinois d'Urbana-Champaign (*the University of Illinois at Urbana-Champaign*, Urbana, Illinois, États-Unis). Si le système semblait alors prometteur, il lui manquait une certaine précision dimensionnelle. Mazumder consacra ses efforts à développer un moyen de suivre et de contrôler les dimensions de la pièce métallique pendant le dépôt. En 1996, il perfectionna le procédé en installant une boucle de rétroaction : celle-ci permettait de respecter les dimensions. Un brevet a été déposé le 30 juin 1998 à ce sujet, et il semble que ce soit son premier [KOC98]. La même année, il fonde *Precision Optical Manufacturing Inc.* pour développer commercialement le procédé. En 1999, la première machine, *DMD 2400*, est utilisée de façon interne pour différents contrats industriels afin de promouvoir le procédé. Le procédé semble être commercialisé depuis l'an 2000 [POM10]. Il consiste à projeter de la poudre solide sur une surface chauffée et fondue par un faisceau laser afin d'accroître le volume de matière localement et construire verticalement.

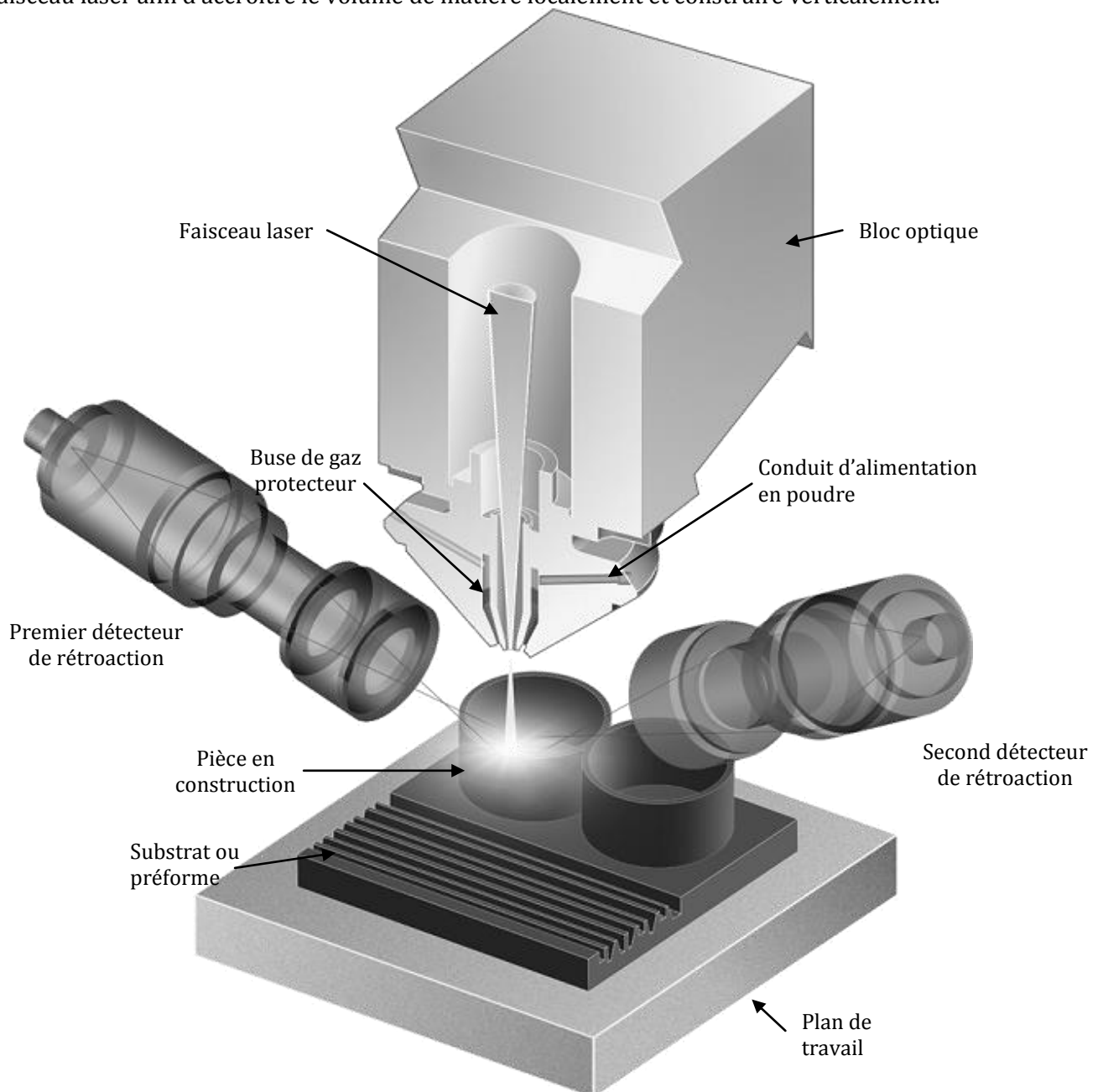


Figure 1.5 – Schéma de fonctionnement du procédé de projection laser. Traduction de l'auteur.

1.2.4. La fabrication d'objets par laminage (LOM)

En 1985, Michael Feygin cofonde la compagnie *Helisys Inc.* pour développer son procédé de fabrication d'objet par laminage ou *laminated objects manufacturing (LOM)*. Ce n'est pourtant que le 17 avril 1987, que semble apparaître son premier brevet sur le sujet [FEY87]. Le premier prototype est fabriqué en 1988 et la production commerciale de l'appareil ne commence qu'en 1991. À cause des concurrents japonais *Kira Corporation Ltd.* (Tomi Yoshishinden, Kira-Cho, Hazu-gun, Aichi, Japon) et singapouriens *Kinergy PTE Ltd.* (République de Singapour), *Helisys Inc.* ferme en novembre 2000. Le même mois, Feygin annonce la formation d'une nouvelle société, *Cubic Technologies* (Carson, Californie, États-Unis), qui absorbe tous les biens d'*Helisys Inc.* en décembre 2000 et qui continue l'activité sur les machines de LOM. [CHU03] [FEY89] [GEB03]

Une bande de papier recouverte de polymère est déroulée sur la plateforme de support. Un rouleau chauffant applique une pression sur le papier tout en le lissant afin de lier une couche à la précédente par fusion ou ramollissement du polymère. Un laser, généralement CO₂, découpe le contour approprié de la pièce sur la couche. Une fois la découpe terminée, la plateforme s'enfonce d'une épaisseur de couche, entre 50 µm et 500 µm, et une nouvelle couche peut être fabriquée en déroulant une nouvelle longueur de matière. La pression est appliquée par le rouleau chauffant en remontant légèrement la plateforme. Ces étapes d'empilement, liaison, et découpe sont répétées jusqu'à la construction complète de la pièce escomptée. Après découpe, le matériau en excès dans la zone de travail, reste en place et est haché en petits carrés par le laser ; celui en excès hors de la zone de travail et embobiné sur un rouleau collecteur comme le montre la Figure 1.6. [SEN03] [SHa04]

Les matériaux pouvant être utilisés sont nombreux : papier couvert de polyéthylène (*LOMPaper*), feuille de polyester recouverte de polyéthylène comme élément thermiquement adhésif (*LOMPlastic*), ou encore fibre de verre dont les couches sont orientées différemment les unes des autres avec d'un côté une couche d'époxy, adhésive thermiquement, et de l'autre, une couche d'acrylate (*LOMComposite*) [GEB03]. Il est aussi possible d'utiliser des rouleaux de bande céramique réalisés par coulage en bande pour fabriquer des corps crus ou des produits finis en céramiques (procédés *CerLAM* et *Cam-Lem*) [KOC99] [LIN04] [SEN03] [WEI04] [ZHA01]. Des structures métalliques peuvent aussi être fabriquées tout en étant complètement denses [Yle04].

La précision latérale du procédé est généralement de $\pm 0,25$ mm sur l'ensemble de la zone de travail mais peut être fortement améliorée en augmentant la sensibilité du système de balayage [GEB03]. La société nipponne *Kira Corporation Ltd.* a pu obtenir une meilleure précision en remplaçant le laser par une lame métallique : *paper lamination technology* [SEN03].

Si les propriétés mécaniques des pièces fabriquées en matières plastiques sont relativement médiocres et destine le procédé à des applications de *design* ou de validation de géométrie, celles obtenues avec les pièces métalliques peuvent être très bonnes de par la liaison forte entre les couches obtenue par diffusion. Ces pièces peuvent donc avoir une application fonctionnelle.

L'une des plus importantes difficultés que présente le procédé de fabrication d'objet par laminage, est l'étape même de laminage, lorsque le pressage à chaud est exécuté. Le but de celui-ci est de lier la strate en cours de fabrication avec le reste de la structure. Cependant, la vitesse de presse doit être adaptée à la puissance de chauffe. Si l'action est effectuée trop rapidement, la liaison entre couches ne se fera pas ; si elle est effectuée trop lentement, la couche sera surchauffée et la dilatation induite de la matière affectera la forme de l'objet, particulièrement ceux en polymère.

Il est aussi important d'adapter la puissance du laser à la vitesse de découpe. Lorsque celle-ci augmente, la puissance du laser doit aussi augmenter, autrement le laser ne pourra pas

traverser entièrement la couche. Mais si la puissance est trop importante, le laser traversera la couche et atteindra celle en dessous. La forme de la couche directement sous la couche en cours de fabrication est donc altérée, détruisant entièrement la pièce. L'adaptation de la puissance du laser à la vitesse de découpe conditionne donc la qualité de cette dernière.

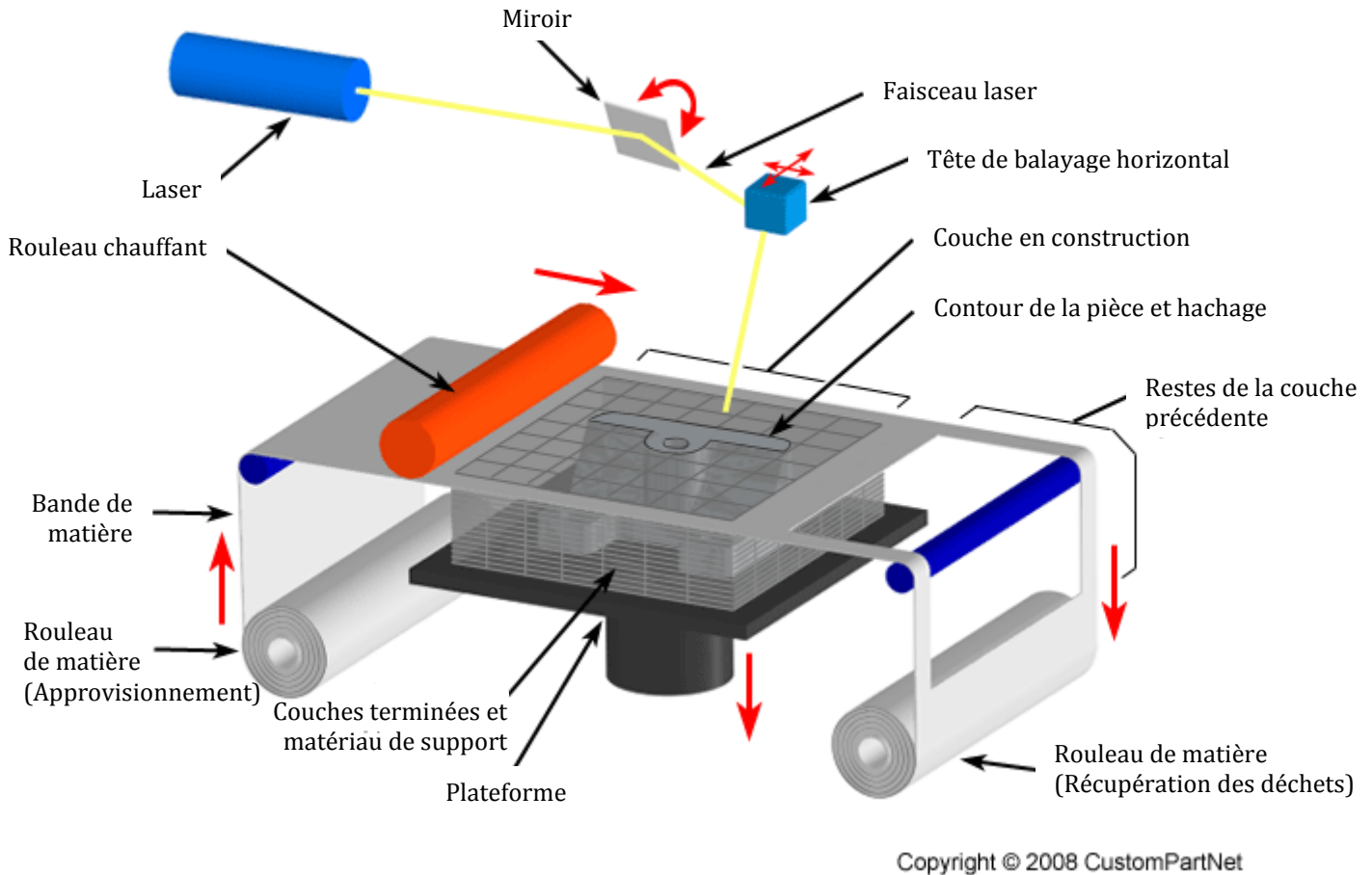


Figure 1.6 – Schéma descriptif du procédé de fabrication d'objet par laminage (LOM). [CUS10]
Traduction de l'auteur.

Puisque le laser ne découpe que le contour de la pièce, il est plus rapide que les procédés de stéréolithographie. Il permet aussi la fabrication de pièces complexes tout en s'affranchissant du problème de création de supports pour les zones sensibles en cours de construction, puisque le matériau en excès sert lui-même de support. Le faible coût de la matière organique est aussi à prendre en compte. Enfin, si le procédé ne permettait, initialement, que la fabrication de pièces massives sans cavités, des techniques ont été développées pour retirer la matière en excès gênante pendant la construction [LIA03].

1.2.5. Le dépôt fil (FDM)

La technologie sur laquelle repose le procédé du dépôt fil ou *fused deposition modeling* (FDM) a été développée par Scott S. Crump en 1988, dont il déposa le brevet le 30 octobre de l'année suivante [CRU92]. Cette même année, 1989, il cofonde la société *Stratasys Inc.* (Eden Prairie, Minnesota, États-Unis) avec sa femme, Lisa H. Crump. Au début de l'année 1992 sort la première machine : *3D Modeler*.

Le procédé du dépôt fil est basé sur le principe d'extrusion. Le filament constitutif de la bobine de matériau est placé dans une buse. Celle-ci chauffe le matériau jusqu'à l'obtention

d'une pâte, puis extrude la matière de façon à reproduire la géométrie plane recherchée. La matière extrudée se refroidit rapidement au contact de l'air et, celle-ci n'étant pas liquide, garde sensiblement la même position lors du refroidissement. La deuxième couche est construite une fois la première terminée, et ainsi de suite. Pour la construction du support d'aide à l'élaboration de la pièce, une deuxième buse est utilisée pour extruder le matériau support, comme le montre la Figure 1.7.

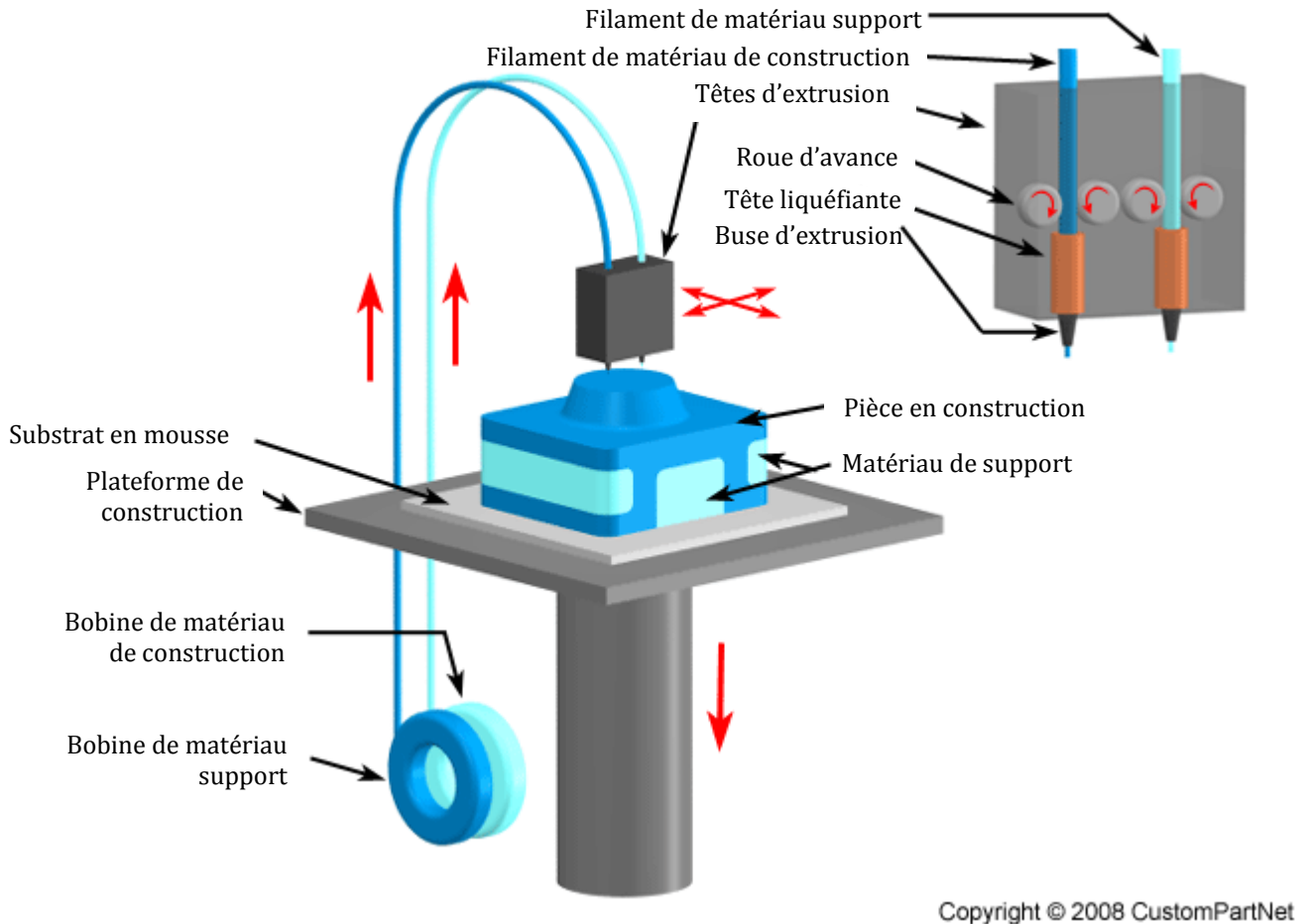


Figure 1.7 – Schéma descriptif du procédé de fabrication par dépôt fil. [CUS10] Traduction de l'auteur.

Un certain nombre de polymères, intéressants de par leurs propriétés mécaniques, peuvent être utilisés. Parmi ceux-ci se trouvent le polycarbonate, le polyphénylsulfone, quelques élastomères et la polycaprolactone, un polyester biodégradable utilisé dans le secteur médical. L'ABS ainsi que l'ABSi, un copolymère d'ABS et de méthyle méthacrylate, permettent la construction de pièces directement en couleur avec la possibilité d'une teinte personnalisée. Il est aussi possible de fabriquer des pièces composites céramiques ou métalliques [GRE95] [KUM10] [MAS04].

Ce procédé peut atteindre une précision dimensionnelle de 0,13 mm. Cependant, cette précision est liée au diamètre du cordon déposé et donc de celui de la buse. Généralement, il est plutôt de l'ordre du millimètre. Il est donc relativement difficile de créer des détails très fins. De plus, la vitesse de construction est faible. Elle est limitée par la vitesse d'extrusion qui est elle-même limitée par la viscosité relativement importante de la matière. Une viscosité plus faible peut être atteinte à une température plus élevée, mais le refroidissement sera plus long et la stabilité dimensionnelle d'autant plus affectée. La vitesse de construction peut donc difficilement être améliorée. En outre, le retrait subi par le matériau en refroidissant est difficilement prévisible et seule l'expérience permet de compenser cet effet en ajustant les paramètres du procédé.

Néanmoins, il est tout à fait possible de produire des pièces fonctionnelles. Les pièces réalisées en ABS, par exemple, présentent 85% de la résistance des mêmes pièces obtenues par moulage. De plus, puisque le procédé construit une pièce directement par extrusion, seule la matière nécessaire à la fabrication de la pièce et de son support est utilisée. Il y a donc une faible production de déchets. Le nettoyage de la pièce et des supports en fin de procédé est facilité grâce à l'utilisation d'une résine soluble dans l'eau. Enfin, le matériau est facilement rechargeable, ce qui rend l'utilisation de la machine simple et n'oblige qu'à une maintenance réduite. [CHU03]

1.2.6. Les procédés d'impression tridimensionnelle (3DP, Inkjet printing,...)

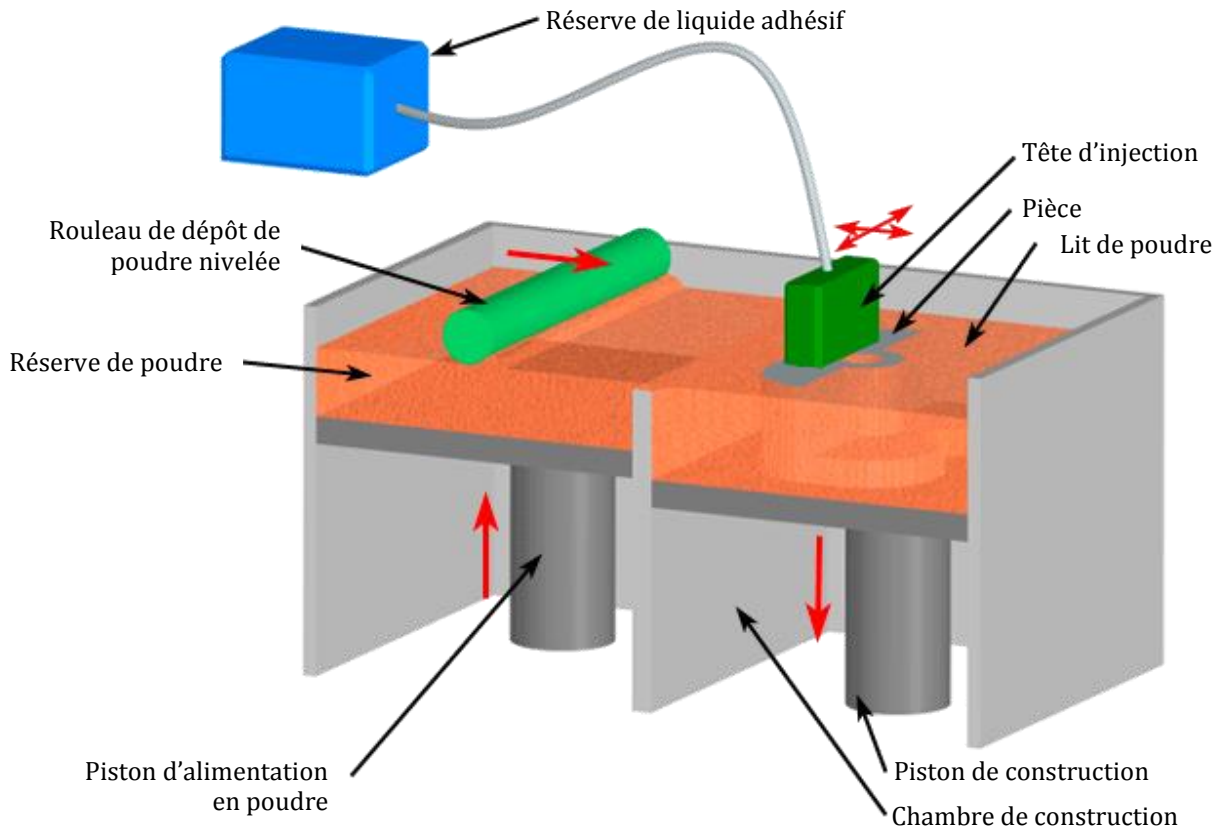
L'impression tridimensionnelle a été vue comme possible depuis les années 1980, pendant lesquelles des brevets, relatifs à l'agglomération de particules sur un substrat, ont été déposés. La première réussite commerciale de cette technologie est à créditer sur le compte de la société *Sanders Prototype Inc.* en 1994, actuellement *Solidscape* (Merrimack, New Hampshire, États-Unis). Ce qui faisait alors office de particule était une cire fondue qui se solidifiait en refroidissant à l'air. C'est le procédé d'impression jet d'encre, *inkjet printing*, similaire à celui des impressions en deux dimensions.

Il existe en réalité deux types de technologie d'impression en trois dimensions : la technologie directe où toute la matière provient de la tête d'impression, comme l'impression jet d'encre, et la technologie indirecte où un liant, ou bien un autre additif, est injecté sur un lit de poudre.

La technologie indirecte a été développée au début des années 1990 au *Massachusetts Institute of Technology (MIT, Cambridge, Massachusetts, États-Unis)*, avec le concept *3D-Printing (3DP)*. Celui-ci a donné naissance à deux procédés d'impression indirecte, celle de poudre polymère et celle de poudre métallique. Le premier procédé a été développé par *ZCorporation* (Burlington, Massachusetts, États-Unis) dont la première machine commerciale *Z402* est sortie en 1997 ; le second procédé a été commercialisé par *Extrude Hone* (Irwin, Pennsylvanie, États-Unis) en avril 1999 sous le nom de *ProMetal* avec la machine *ProMetal RTS-300*.

Plus récemment, l'intérêt du développement s'est fait sur le dépôt de photopolymère acrylique. Des gouttelettes de monomère liquide sont formées et exposées à un rayonnement UV qui active la photopolymérisation. Il s'agit aussi d'une technologie directe. Elle s'est initialement implantée sur le marché avec la société israélienne *Objet Geometries* (Rehovot, Israël) en 2000 et la machine *Objet Quadra*. Ce procédé ne semble pas avoir de nom commercial, mais il est parfois appelé *digital light projection (DLP)* car il utilise la technologie développée par le Dr. Larry Hornbeck de *Texas Instrument* en 1987, *digital light processing (DLP)*, pour l'irradiation UV de la matière. Cette dernière technologie est utilisée dans les vidéoprojecteurs. Le procédé est aussi appelé *jettied photopolymer*.

Pour les procédés d'impression tridimensionnelle indirecte, un liant, souvent une cire fondue, est injecté localement sur un lit de poudre. Un système d'étalement, similaire à ceux des machines de *SLS*, permet la mise en place d'une nouvelle couche de poudre qui sera à son tour sujette à l'injection du liant. La Figure 1.8 représente le concept de fonctionnement du procédé d'impression indirecte. Dans le cas où la poudre n'est pas organique, des traitements ultérieurs sont envisagés : déliantage puis imprégnation par un métal à plus bas point de fusion, souvent du bronze.



Copyright © 2008 CustomPartNet

Figure 1.8 – Schéma descriptif du concept des procédés d'impression indirecte. [CUS10] Traduction de l'auteur.

En ce qui concerne les procédés d'impression directe, le dépôt se fait de manière fortement semblable à l'impression jet d'encre classique en deux dimensions. L'encre est ici un polymère liquide. La pièce en trois dimensions est créée par la superposition des couches de polymère. Les strates font entre $12,7\ \mu\text{m}$ et $15,2\ \mu\text{m}$. Pour assurer une bonne planéité de la couche déposée et donc niveler la surface, celle-ci est souvent *découpée au vol (fly-cut)*.

Solidscape a développé le procédé *inkjet printing* avec 2 buses d'injection, une pour le matériau de la pièce, thermoplastique, et une pour la cire qui sert de support.

3D System et *Objet Geometries* ont, quant à eux, développé le procédé *jetted photopolymer* avec 1536 buses d'injection. La pièce est réalisée en photopolymère, irradié avec une lampe UV juste après dépôt, et le support est une sorte de gel, soluble dans l'eau. Le fonctionnement de ces deux procédés est représenté sur la Figure 1.9.

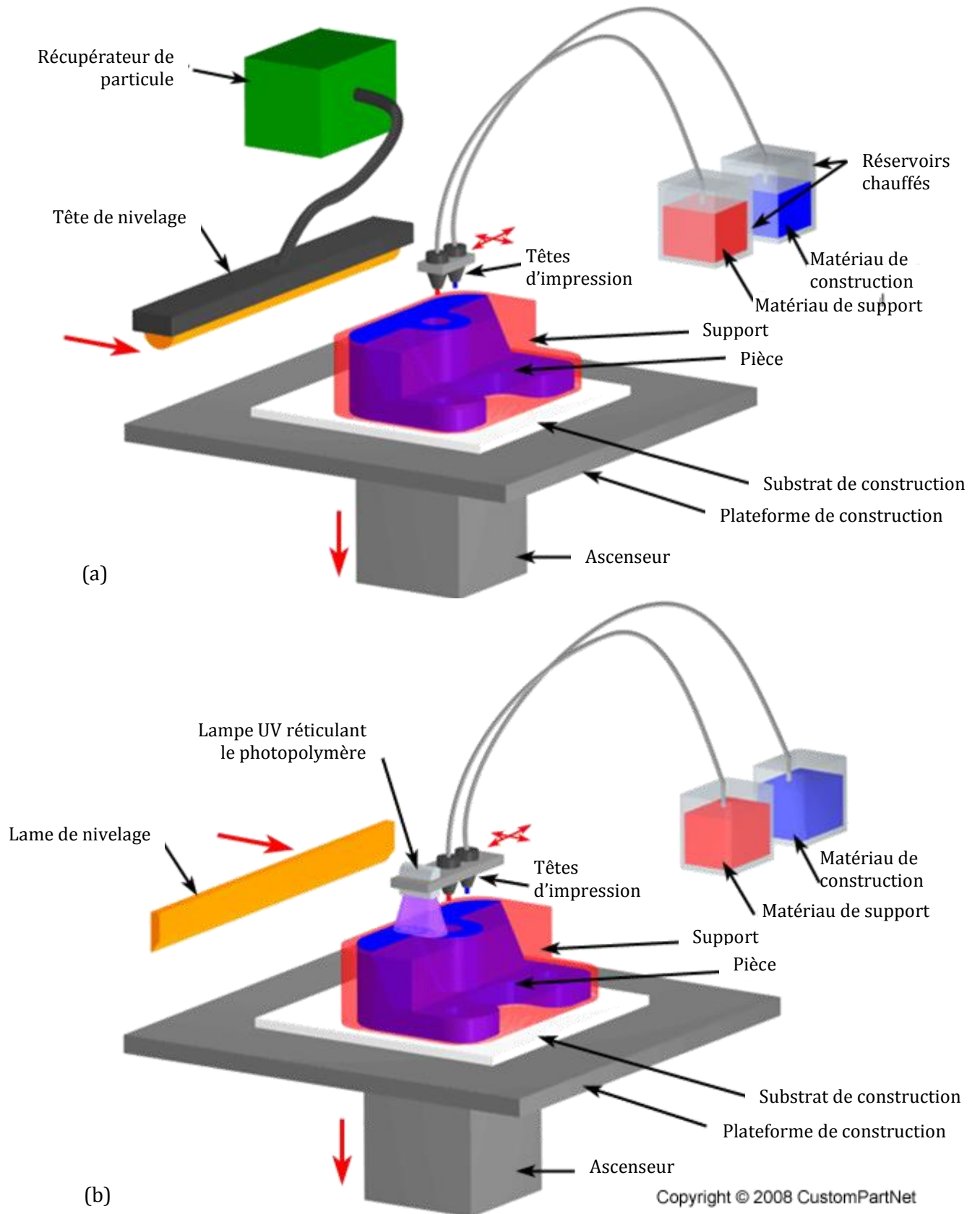


Figure 1.9 – Principe de fonctionnement des procédés d'impression directe : (a) inkjet printing, (b) DLP ou jetted photopolymer. [CUS10] Traduction de l'auteur.

Pour les pièces plastiques, il est désormais possible de réaliser des pièces en ABS et donc directement en couleur.

1.2.7. La fabrication électrochimique (*MICA Freeform*)

Le procédé *MICA Freeform* est une évolution de la fabrication électrochimique ou *EFAB* pour *electrochemical fabrication*. Inventé par Adam L. Cohen au milieu des années 1990 à l'université de Californie du Sud (Los Angeles, Californie, États-Unis), l'*EFAB* a été commercialisée par *Microfabrica Inc.* (Van Nuys, Californie, États-Unis) qui vend actuellement le procédé *MICA Freeform*. Ce procédé de fabrication additive de pièce métallique s'appuie sur des technologies développées dans l'industrie des semi-conducteurs telles que la photolithographie. Les pièces, très petites, sont généralement fabriquées directement sur un *wafer*³, pour reprendre la phraséologie de la microélectronique. Celui-ci peut contenir entre 100 et 1000 unités suivant sa taille et celle de la pièce. Les géométries peuvent atteindre une grande complexité tout en étant très précises puisque la tolérance dimensionnelle est de $\pm 2 \mu\text{m}$. Les photographies des pièces, prises au microscope électronique à balayage (MEB) et représentées sur la Figure 1.10 permettent d'avoir une idée de la taille et de la géométrie possible des composants.

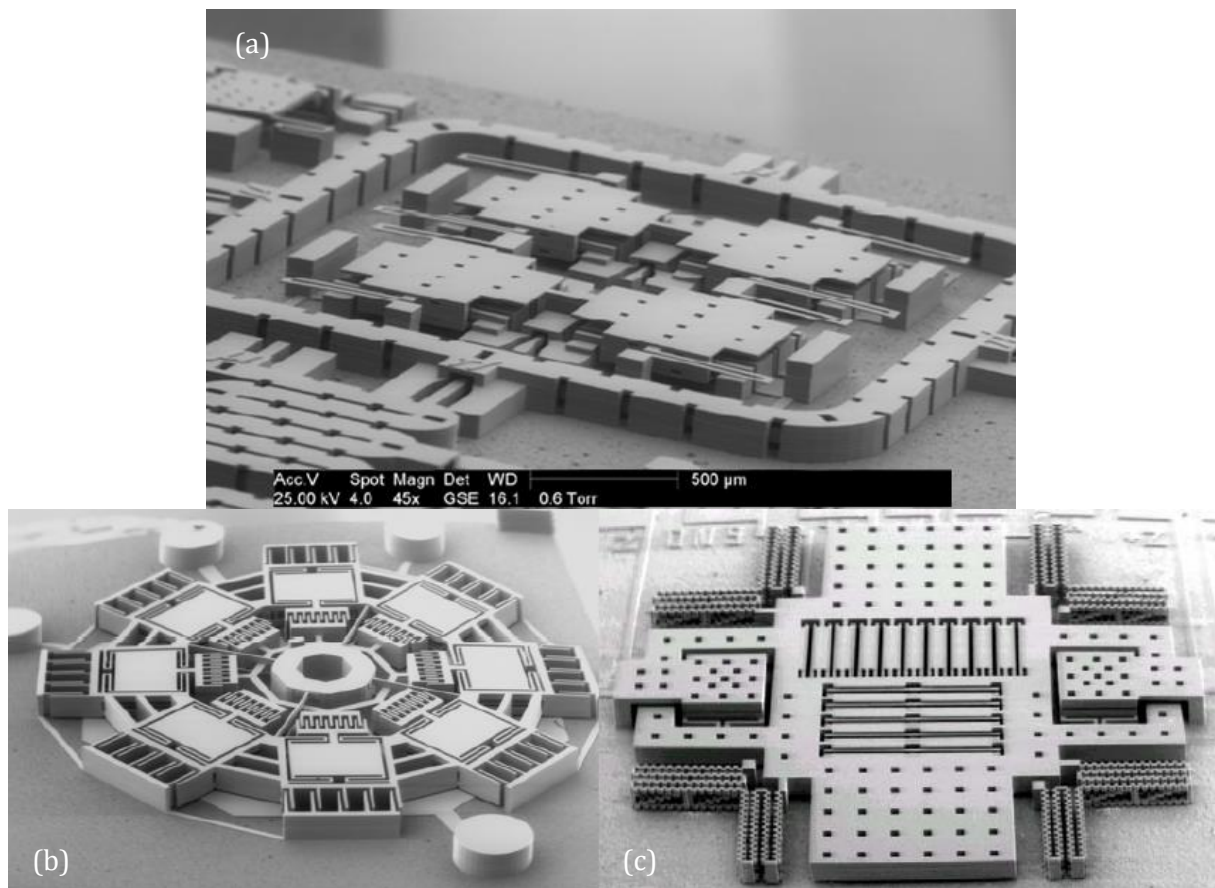


Figure 1.10 – Photographie MEB de pièces fabriquées par le procédé *MICA Freeform*. (a) Coupleurs hybrides et bascules radiofréquences, (b) gyroscope, (c) accéléromètre tri-axe. Échelle absente pour (b) et (c). [COH07]

Ce procédé est surtout utilisé en médecine, dans l'industrie du semi-conducteur et dans le secteur aéronautique. Avec une hauteur de pièces maximale de 1,25 mm, beaucoup

³ Mot anglais désignant une tranche de semi-conducteur, généralement du silicium et sous forme de disque. Le concept qu'il représente est à la base de l'industrie de la microélectronique de par son utilité de support dans la réalisation des différentes étapes de fabrication des composants électroniques tels que les transistors.

d'applications ne sont pas concernées. Néanmoins, ce chapitre sur la fabrication additive ne saurait être complet sans mentionner l'existence de ce procédé. [COH07] [MIC10]

La Figure 1.11, ci-après, situe dans l'ordre chronologique, l'invention des différents procédés de fabrication additive macroscopique mentionnés dans ce paragraphe.

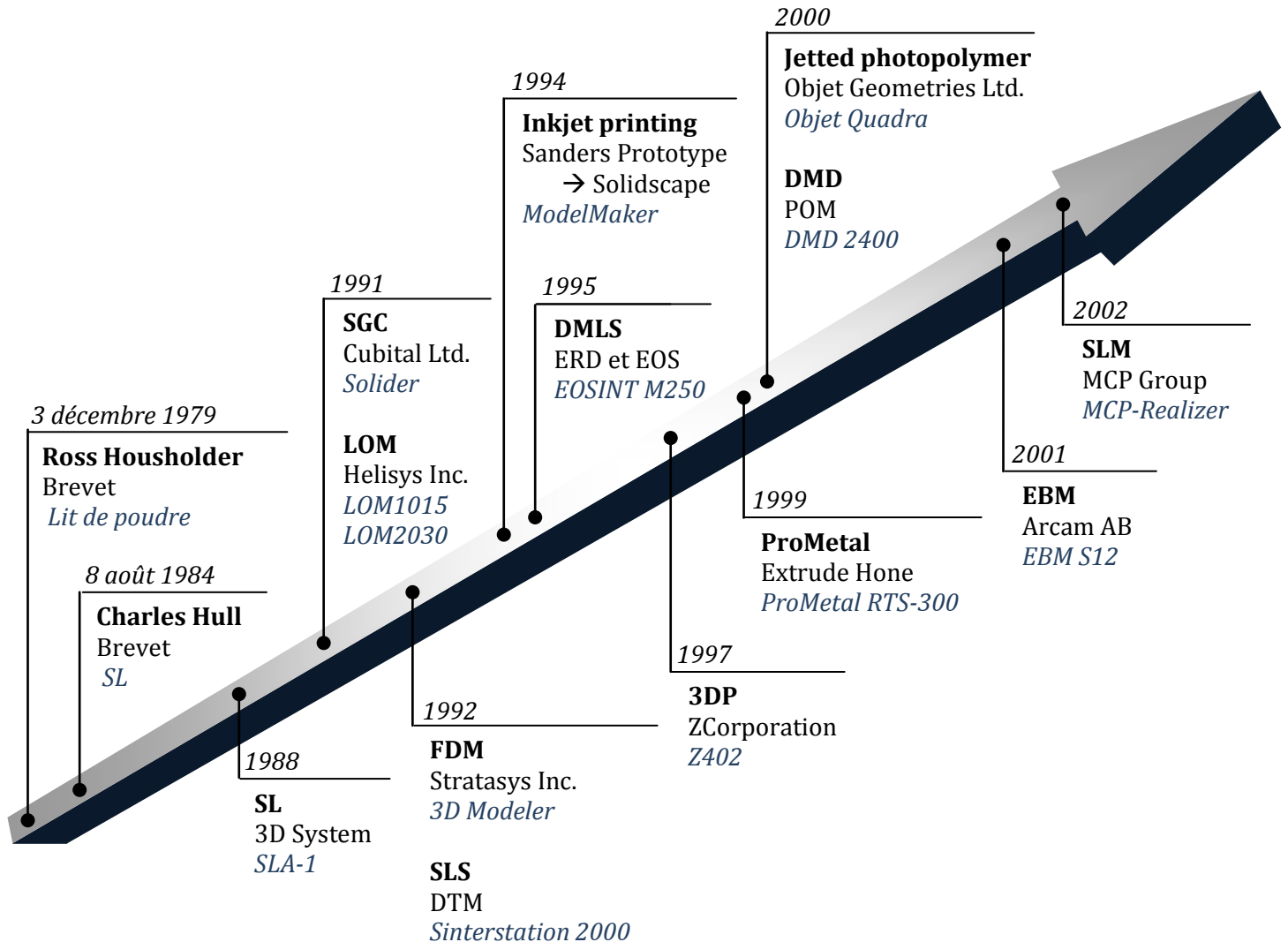


Figure 1.11 – Chronologie des procédés de fabrication additive macroscopique mentionnés dans ce chapitre. Dans le cas des brevets, sont indiqués : la date de dépôt, l'auteur et le concept introduit. Dans les cas des procédés, sont indiqués : la date de première commercialisation de la machine, la société constructrice, et le nom du modèle.

1.2.8. La propriété intellectuelle

Le développement de ces différentes technologies, ainsi que le dépôt de brevets pour protéger la propriété intellectuelle et industrielle, a poussé les différents industriels à une concurrence forte et à de nombreuses confrontations juridiques notamment de la part de l'américain 3D Systems. Par exemple, après le rachat de DTM en 1989, puis le rachat de la branche stéréolithographie d'EOS en 1997, 3D Systems a intenté une action en justice en 2003 pour empêcher EOS de vendre ses machines SLS sur le sol états-unien en arguant une violation de brevet. Après une entente à l'amiable permettant à 3D Systems de récupérer quelques royalties, cette dernière a notamment racheté la société française Phénix Systems en 2013 spécialisée en SLM.

1.3. CARACTÉRISTIQUES DE LA FABRICATION ADDITIVE

1.3.1. Applications

L'architecture, l'art, l'horlogerie, la joaillerie, le *marketing*, le *design*, l'éducation, l'archéologie, l'électronique, l'électronique de puissance, l'automobile, l'aéronautique, la médecine et les autres sciences, notamment celle des matériaux et celles de l'espace constituent une liste, non exhaustive, des différents domaines d'application de la fabrication additive.

En architecture, la technologie permet la réalisation rapide d'une maquette d'un bâtiment à construire avec toutes les spécificités. Le bâtiment sujet à maquette pourrait être aussi bien neuf que très ancien. Dans ce dernier cas, il s'agirait alors d'une reconstruction archéologique. L'idée de réalisation de maquette peut même s'étendre sur un concept plus petit qu'un bâtiment et il vient alors les domaines de l'art, du *design* et du *marketing*, où la pièce physique en trois dimensions a particulièrement sa place pour la contemplation.

La transparence de certains plastiques est tout à fait propice à la construction de systèmes ludiques ou éducatifs. Il est possible de reproduire une partie du corps humain transparente, avec les organes ou les os colorés et visibles totalement. Des cartes géographiques présentant le relief ont déjà été réalisées. Il est aussi possible de fabriquer des structures pour représenter des phénomènes physiques tels que la superposition d'onde à la surface d'un liquide ou des molécules complexes comme des protéines. Sciences et éducation sont alors difficilement discernables.

Pour l'aéronautique, il est question de réaliser des pièces de train d'atterrissage et de moteur comme les aubes des turbines par exemple.

En science des matériaux, la fabrication de composites est tout à fait possible : composites à matrice métallique, composites à matrice céramique, bio-composites, composites fibrés ou nano-structurés. À ce sujet, Kumar et Kruth décrivent de nombreuses façons de créer une grande variété d'entre eux, avec différents procédés de fabrication additive. [KUM10]

Pour certaines applications telles que l'aérospatial, l'énergétique, le biomédical, l'électromagnétisme, le nucléaire ou encore l'optique, il est possible de concevoir des pièces à gradient de composition. [KUM10] [WAN09] [YAD07]

Dans le secteur médical, l'accent est surtout mis sur la fabrication de prothèses personnalisées, dentaire, de hanche ou de genou, et sur la conception de supports osseux poreux, de préférence en hydroxyapatite, avec un réseau de pore ouvert permettant la circulation des fluides pour améliorer l'ostéogénèse [LIN07] [STA09] [WOE05]. Des études sont aussi en cours pour la neuroscience [TEK08].

Dans le domaine de l'exploration spatiale, la fabrication additive pourrait aussi être mise à contribution, et ce dans le but de réduire le temps de cycle des missions. Un cycle est composé de plusieurs étapes : la création du robot chargé de l'exploration, sa phase de test, la phase d'envoi, le trajet à l'objet stellaire et finalement la collecte de données. La plupart des approches de réduction de temps de cycle consistent en la découverte de nouveaux moyens de propulsions pour raccourcir la phase de transport qui reste, pour la plupart des destinations actuelles, de l'ordre de quelques années. Or, le temps nécessaire à la phase de conception d'un robot est généralement du même ordre de grandeur. Certains chercheurs [LIP02] ont eu l'idée d'envoyer le robot dans l'espace, avant même qu'il ne soit conçu. Il s'agit, dans les faits, d'envoyer un stock de matériaux et de matière première avec une machine de technologie de fabrication additive, capable de fabriquer le robot de manière autonome après réception des ordres et des plans de fabrications une fois la conception terminée sur Terre. Le temps du voyage n'est pas *perdu*. Dans l'idéal, l'appareil serait prévu pour être capable de réaliser des réparations ou des modifications, notamment dans le cas où une adaptation particulière à l'environnement est nécessaire.

La Figure 1.12 présente quelques applications de ces technologies *innovantes*.



Figure 1.12 – Exemple d'application du prototypage rapide ou de fabrication additive. (a) Représentation de deux ondes se propageant sur une surface d'eau élaboré par LOM [Mca05], (b) Luminaire fabriqué en SLM [SPA08], (c) Représentation d'une main et des os visibles pas transparence [SPA08], (d) Impression 3D d'une figurine de dinosaure présentant la structure portante qui sera retirée (Zslice), (e) Model architectural fait en maïzena (poudre de maïs) [SPA08], (f) Compresseur de turbines élaboré par LOM (Fachhochschule - University of applied Sciences), (g) Implant crânien en titane élaboré par EBM (Medical Modeling)

1.3.2. Intérêts

Si la fabrication additive est sortie des laboratoires et a réussi à se développer dans les industries, ce n'est probablement pas dû à son seul caractère d'innovation technologique.

L'attraction vis-à-vis de la nouveauté s'est rapidement associée avec le sentiment plaisant produit par l'idée sous-jacente de bénéfice, ou de gain.

Le premier facteur de développement est sans doute le gain financier. La fabrication se fait désormais sans outillage. La nécessité d'effectuer de nombreuses étapes avec différentes machines n'existe plus, ce qui permet de libérer celles-ci pour une autre tâche, ou simplement de s'en passer. Du fait d'une conception fine de la géométrie et d'un rendement élevé, la consommation de la matière est limitée. En corollaire, les coûts de fabrication et les frais fixes et variables sont réduits.

Il vient ensuite un gain temporel. Le temps de production est diminué par le nombre très limité d'étapes de fabrication. En théorie, seule l'étape de construction couche par couche est requise. De plus, dans l'éventualité d'un changement au niveau de la géométrie pour diverses raisons, toute modification est rapidement et facilement réalisable sur le fichier CAO, qui sera alors prêt pour la fabrication du nouveau modèle, sans délai, et sans conception intermédiaire.

Toutefois, si ces deux ingrédients sont nécessaires pour expliquer cet engouement pour la fabrication additive, ils ne sont pas suffisants pour des applications qui sortent de l'esthétique. En effet, il est plutôt souhaité que les pièces ainsi élaborées présentent des propriétés d'usage au moins équivalentes à celles obtenues par des procédés plus conventionnels. Il apparaît alors la volonté d'un gain de propriétés, qu'elles soient mécaniques, tribologiques, électriques, thermiques, optiques, magnétiques, etc. [KUM10]

Enfin, les technologies de fabrication additive représentent un gain de libertés. Celles-ci s'expriment par la possibilité d'une conception totalement nouvelle de pièce en créant des formes géométriques pratiques et adaptées à une application particulière qui n'étaient, jusqu'à présent, pas réalisables. La fabrication de géométries évidées avec une structure interne plus ou moins complexes est désormais possible. Les pièces sont alors plus légères, et certaines d'entre elles peuvent être réalisées d'un bloc sans avoir recours à un assemblage de sous-pièces qui introduit généralement une baisse des propriétés de l'ensemble. Une liberté est aussi octroyée par le choix du matériau. En effet, qu'il s'agisse de polymère, de métal ou de céramique, il existe au moins une technologie de fabrication additive capable de produire la pièce. Chacune des classes de matériaux possède son lot de représentants, à la fois en terme de matière et de procédé. Seule l'application finale fixe les limites d'utilisation.

1.3.3. Limites

Seule l'application finale fixe les limites d'utilisation... La vérité est ailleurs. En effet, les connaissances relatives à ces technologies de fabrication ne sont pas toujours suffisantes pour donner pleinement satisfaction. Quelques *détails* viennent assombrir l'image primesautière, presque poétique, d'une technologie dont le produit semble n'être limité que par l'imagination...

Le problème le plus apparent et le plus dommageable, même, voire surtout, lorsqu'il est question d'un prototype, est celui de l'aspect de surface puisque cela conditionne en grande partie l'attrait pour le produit. Lors de la fabrication d'une pièce couche par couche, une question particulièrement pertinente est celle de l'épaisseur de ces couches. En considérant une géométrie courbe, comme celle de la [Figure 1.13](#), il apparaît que la construction pourra suivre d'autant plus fidèlement la courbe que les épaisseurs sont fines. Les *marches d'escalier* s'affinent. C'est la traduction du problème de conversion d'une donnée numérique en une donnée analogique.

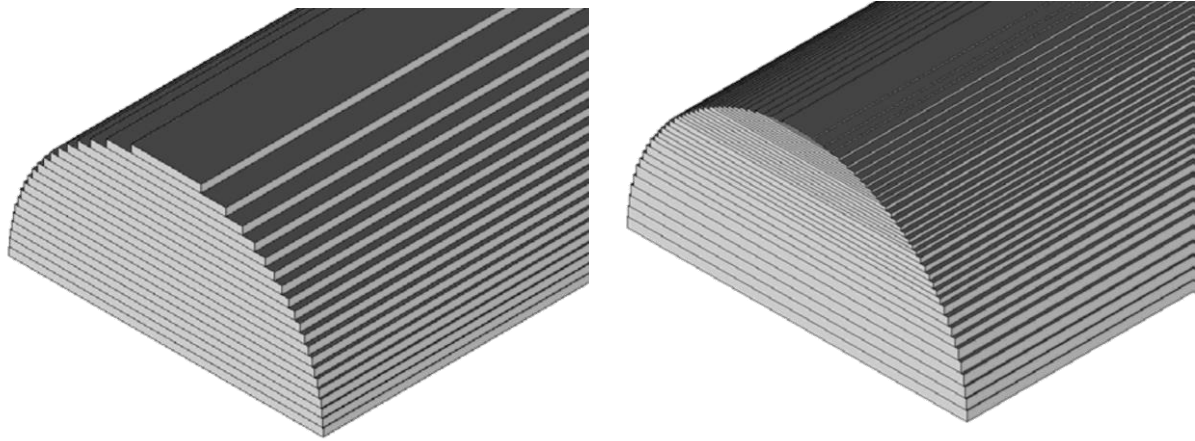


Figure 1.13 – Représentation d'une demi-barre pour différentes épaisseurs de couche. Cette figure illustre le fait que ces épaisseurs peuvent être optimisées afin de limiter l'effet de marche d'escalier sur le produit. [COH07]

Mais la finesse des couches est nécessairement finie, ce qui fait qu'elles peuvent être visibles. Le Tableau 1.2 regroupe les valeurs minimales d'épaisseur de couche pour un certain nombre de procédés. Ces limites étant sans cesse repoussées par l'amélioration des procédés, les données peuvent ne plus refléter l'état actuel de la technologie. Il est possible d'observer sur la Figure 1.14 que l'impression de superposition de plan de matière augmente avec l'épaisseur des couches. Cette figure, ainsi que la Figure 1.15, permettent également de voir que la précision dimensionnelle et le respect des formes géométriques ne sont pas toujours bien maîtrisés. En particulier, la tête du pion n'est pas rigoureusement sphérique mais présente une géométrie *en marche d'escalier*. Cet aspect accidenté apparaît moins sur des procédés à lit de poudre tel que le SLM comme en témoigne la Figure 1.16. Cette fois-ci, la surface du pion apparaît plutôt granuleuse, dû à l'agglomération de poudre, ce qui a tendance à masquer l'escalier. Toutes les formes ne sont donc pas facilement productibles de manière précise.

Caractéristique	SL	SLS	DMLS	LOM	FDM	3D-P	DLP	Inkjet printing
Épaisseur min. (µm) de la couche	25	100	25	50	330	50	13	13
Tolérance (µm)	130	25	250	100	130	100	25	3
Vitesse de fabrication	Moyenne	Rapide	Rapide	Rapide	Lente	Très Rapide	Rapide	Lente

Tableau 1.2 – Tableau de données donnant la précision géométrique de certains procédés. Les valeurs pouvant varier d'une machine à l'autre et avec l'évolution de la technologie, les données sont fournies à titre indicatif. La tolérance représente la précision dimensionnelle dans le plan d'une couche. Le tableau a été construit avec les données de [CUS10]. Les valeurs en microns sont arrondies depuis la conversion des inches.

Le nombre de couches d'une structure dépend de l'épaisseur de celles-ci et influence le temps de construction. Ainsi il est possible d'intervenir sur l'orientation de la construction pour optimiser le temps et la qualité de l'état de surface [LAN97]. Le pion de la Figure 1.15 aurait aussi bien pu être construit perpendiculairement à son axe de révolution, mais cela aurait nécessité un nombre de couches plus important, donc un temps de fabrication significativement plus long, pour un aspect peut-être moins agréable.

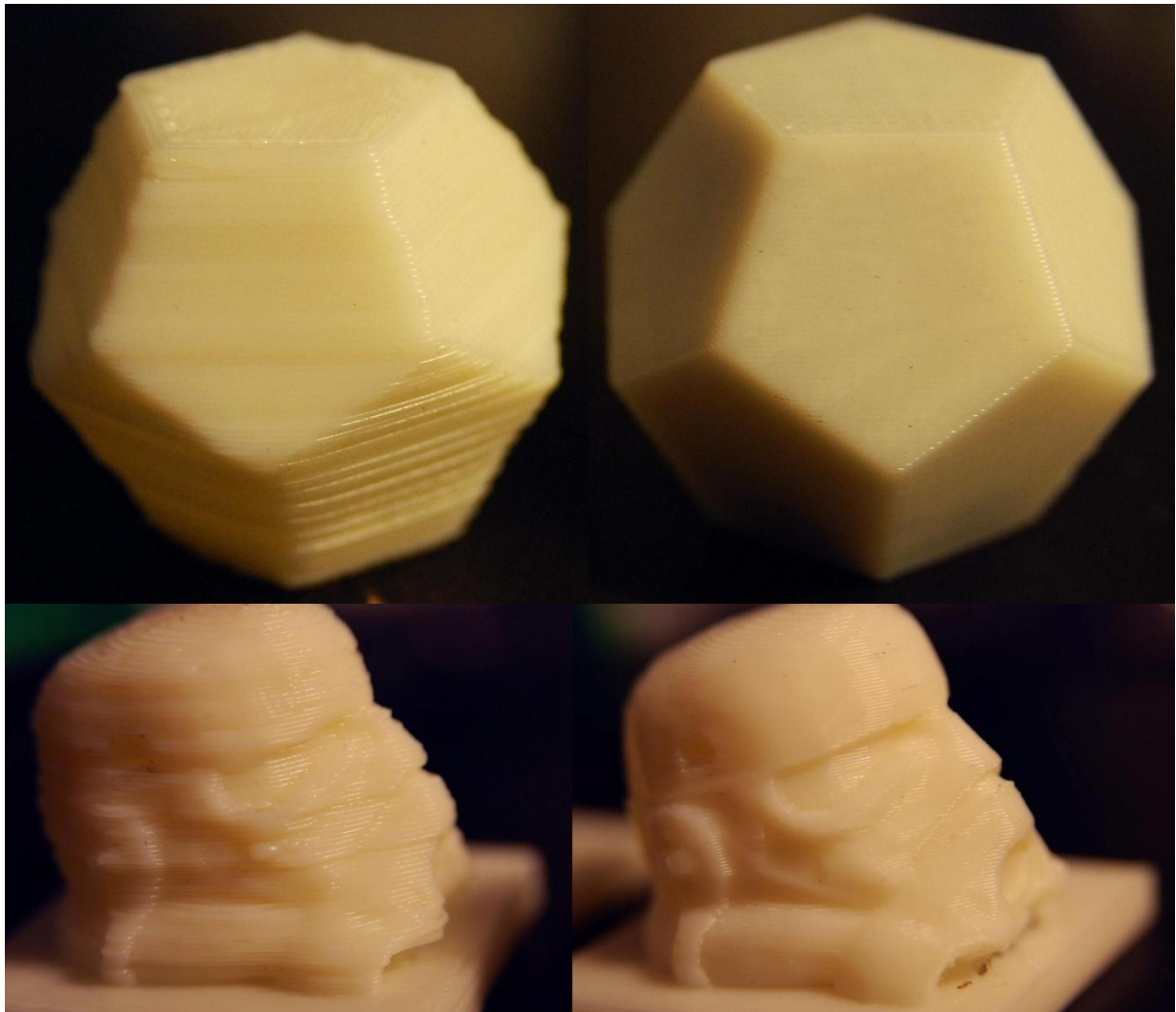


Figure 1.14 – Dodécaèdres réguliers (haut) et têtes de stormtrooper (bas) fabriqués en acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS). Expérience réalisé par Kyle Stetz. À gauche : fabrication par FDM de couches de 0,35 mm d'épaisseur, dans des conditions non optimales. À droite : fabrication par impression tridimensionnelle directe de couches de 0,245 mm d'épaisseur. [STE09]



Figure 1.15 – Pion d'échec fabriqué par LOM. La fiche de données du constructeur donne l'épaisseur de la couche à 0,15 mm. [FLA09]



Figure 1.16 – Pion d'échec fabriqué par SLM.

La forme des pièces est aussi limitée par l'angle de construction dans le cas d'absence de soutènement, en particulier pour la projection laser. Dans le cas des procédés de fabrication par lit de poudre, le lit permet un certain support. En impression tridimensionnelle et en *FDM*, par exemple, la fonction de support est apportée par un matériau particulier. Enfin, il reste toujours la possibilité de créer sur le fichier CAO, des supports creux d'aide à la construction, mais cela peut créer des contraintes supplémentaires.

La facilité de modification de la géométrie qui s'impose *a priori* comme un avantage, peut s'avérer être finalement un problème. De nombreuses difficultés peuvent ne pas être prises en compte lors de la conception initiale, ce qui aboutit à une série de corrections et révisions de la géométrie sans fin. En outre, du fait de la relative facilité de fabrication, celle-ci peut-être sujette au perfectionnisme.

Une dernière limitation géométrique qui peut être citée est celle du volume de la pièce. Il est évidemment nécessaire, pour sa construction, qu'elle entre dans le bac de fabrication. Plus l'enceinte sera grande et plus l'assurance d'une bonne planéité de la totalité de la surface de plateau de fabrication sera difficile à obtenir pour une tolérance de quelques unités de microns. La qualité et le coût de la pièce, ainsi que celui de la machine s'en feront ressentir.

Pour les procédés à base de poudre, l'effet de superposition de couche peut être associé, ou bien complètement masqué, par un état de surface rugueux. Il est alors parfois nécessaire de concevoir une surépaisseur afin que la pièce puisse être reprise par usinage notamment pour les parties fonctionnelles. D'autres traitements de finitions comme le polissage électrochimique ou mécano-chimique sont envisageables. Outre l'aspect de surface, la rugosité influence fortement la tribologie.

Pour les procédés basés sur le frittage ou le passage à l'état liquide de poudres, la porosité reste un problème majeur. Celle-ci, critique pour la tenue mécanique, peut être le résultat d'un manque de fusion, d'un manque de matière, de gaz piégé dans les poudres suite à l'atomisation, des bulles de gaz emprisonné lors de la fabrication ou bien d'une mauvaise adhésion entre les couches.

Une compaction isostatique à chaud peut permettre, sinon de supprimer, au moins de réduire la porosité interne. Le retrait et les distorsions engendrés sont d'autant plus à prendre en compte que la porosité initiale était importante.

Dans certains cas, toutefois, la rugosité et/ou la porosité sont recherchées, notamment pour la biocompatibilité d'implants médicaux osseux où les anfractuosités permettent un meilleur accrochage des tissus et des cellules. La porosité peut aussi être recherchée dans un souci de gain de masse. Néanmoins, il s'agit de maîtriser la technologie pour contrôler ces états.

Pour les procédés thermiques, la matière subit alternativement une chauffe puis un refroidissement dont les vitesses peuvent être très importantes. Le refroidissement s'apparente à une trempe. Il s'établit alors, au sein du matériau, des contraintes. Celles-ci sont fortement susceptibles de se libérer lors de traitements thermiques ultérieurs, ce qui provoquerait une distorsion de la pièce. Les traitements doivent donc être optimisés pour relaxer les contraintes résiduelles en limitant les distorsions tout en améliorant les propriétés mécaniques. Ces contraintes peuvent être suffisantes pour mener à un délitement des couches ou à une fissuration. La microstructure peut aussi être fortement hétérogène suite à l'histoire thermique.

De plus, les matériaux métalliques subissent une oxydation à l'air ainsi qu'une certaine pollution ou contamination à l'azote et au carbone principalement, en plus de l'oxygène. Ces phénomènes ont lieu pendant toute la construction et n'affectent donc pas seulement la surface. L'oxydation peut, par exemple, diminuer l'adhésion locale entre deux couches successives. Une atmosphère de gaz neutre, telle argon, hélium ou azote, est souvent utilisée pour empêcher l'oxydation. L'idéal, pour éviter toute pollution, reste de travailler sous vide, quand cela est possible, comme dans le cas de l'*EBM* où cela se révèle, en fait, obligatoire.

Les géométries creuses posent quelques soucis techniques pendant l'élaboration puisqu'il est nécessaire de retirer la matière présente dans la cavité avant de fermer cette dernière. Certaines machines doivent donc se doter de ce genre de possibilité non triviale ce qui les rend techniquement plus complexes, et bien sûr plus chères.

Bien qu'en théorie, seule l'étape de construction couche par couche soit requise, en pratique, c'est un peu différent. Tout d'abord, les pièces doivent être retirées de leur support, qu'elles soient simplement posées ou collées dessus ou bien soudées. Ensuite, les procédés à base de poudres polymères ou métalliques, c'est-à-dire l'impression indirecte et les procédés *SLS*, *SLM*, et *EBM* nécessitent le retrait de la poudre qui n'a pas été solidifiée. Les procédés d'impression directe et le *FDM* doivent subir un traitement chimique pour éliminer le matériau de support. Pour le procédé *LOM*, il est question de retirer les petits cubes découpés par le laser. Enfin, l'ensemble des procédés concernant la fabrication de pièces métalliques est susceptible de retouche(s) par usinage afin d'améliorer l'état de surface. Il est aussi à noter que les pièces dont la fabrication a demandé la conception de supports doivent être reprises afin de les éliminer. Cependant, même si quelques-unes de ces opérations prennent un temps certain, le gain sur la durée de fabrication est généralement manifeste.

Du fait de l'élimination de certaines parties de la pièce et de l'évolution physico-chimique ou morphologique des particules de poudres proches de la zone de construction, le rendement matière des procédés de fabrication additive est, contrairement aux attentes, rarement unitaire. Pour les procédés dont la matière superflue n'a pas subi de transformation, notamment les procédés sur lit de poudre, se pose la question de la réutilisation de celle-ci, qui ne peut évidemment se faire que si la contamination est minime.

Enfin, il apparaît de manière assez évidente que les procédés de fabrication additive ne sont économiquement viables que pour des petites séries, idéalement pour des marchés de niche où les pièces ont une très forte valeur ajoutée.

D'autres avantages et restrictions, plus spécifiques à chaque procédé, sont parfois mentionnés dans leur description, au paragraphe précédent.

En définitive, la fabrication additive est une évolution du concept de prototypage rapide. Celui-ci s'est développé à partir de la stéréolithographie, procédé précurseur qui a posé les bases de tous les procédés actuels. Il s'agissait initialement de réaliser des pièces plastiques, pour figurer de façon physique et à moindre coût un prototype. À force de développement, de nouvelles possibilités sont apparues, notamment celle de la fabrication de produits métalliques ou céramiques. Il était désormais possible, du moins en théorie, de fabriquer directement une pièce avec des propriétés mécaniques correctes.

Les polymères sont toujours principalement utilisés pour des applications d'esthétiques qui ne requièrent pas de tenue mécanique importante, mais il est désormais aussi possible d'obtenir d'eux une bonne fonctionnalité technique.

La projection laser présente un grand intérêt pour la réparation de pièces usagées et endommagées, outre son application de fabrication additive ; les technologies à base de lit de poudres permettent, quant à elles, une conception totalement nouvelle d'une pièce afin d'adapter sa géométrie, sa structure et sa masse à la fonction recherchée.

Certains procédés permettent même la fabrication de céramiques ou de matériaux à gradient de composition.

Les technologies les plus récentes, celles d'impression tridimensionnelle, sont en plein essor. Initialement réservées à l'industrie pour le prototypage rapide puis la fabrication additive, elles commencent à s'installer dans le secteur du grand public. La société française Sculpteo, par exemple, propose un service de fabrication de modèle à la demande pour les particuliers. Ceci est rendu possible par le coût relativement faible des technologies et de la matière. Se pose alors la question de l'importance de l'effet rebond et des problèmes de propriété intellectuelle...

Aux États-Unis, il s'agit de concevoir, avec la participation de la communauté scientifique internationale, une machine totalement libre de droit capable de se répliquer entièrement, du plastique jusqu'à l'électronique : le RepRap. Après Darwin en 2008 et Mendel en 2009, la troisième génération baptisée Huxley a vu le jour en 2010. [REP10]

Le MIT, pionnier dans le procédé d'impression 3D-Printing, semble lui aussi faire dans l'anticipation en développant une technologie d'impression de nourriture par l'intermédiaire du Fluid Interface Group avec la machine Cornucopia, référence directe à la corne d'abondance. [FIG10]

Aux frontières du réel et de la science-fiction, la société Organovo (San Diego, Californie, États-Unis) développe l'impression de vaisseaux sanguins et d'organes tels que reins, foie ou cœur. Ceux-ci étant construits à l'aide de cellules du patient à traiter, le risque de rejet est très faible. Gabor Forgacs, cofondateur scientifique de la société, explique dans une vidéo de présentation que chaque détail du procédé ne peut être maîtrisé, mais que cela ne s'avère pas nécessaire car le tissu biologique, de par sa nature fondamentale, est capable de s'organiser tout seul (« We cannot control every detail of the process but it turns out that this is not necessary because the biological material by its fundamental nature is able to self organise ») [FOR10].

Ainsi, la petite révolution du milieu des années 1980 dans la conception et qui s'est alors développée sous la forme du prototypage rapide pour l'industrie, a grandi, mûri et a décidé de s'étendre. Elle tente maintenant de coloniser tout l'espace qui lui est offert en se répliquant, s'invitant dans les foyers, voire même en s'implantant dans le corps humain.

Toutes les technologies de fabrication additive sont en progrès constant et les défauts inhérents à chacune d'entre elles sont continuellement réduits. Malgré tout, des problèmes subsistent et il incombe aux industriels et aux chercheurs de les résoudre. Une chose semble sûre, les développements et évolutions futurs de ce concept ne cesseront de surprendre.

RÉFÉRENCES

- [ARC88] Arcella, F., *Casting shapes*, US patent 4,818,562, déposé le 24 mars 1988, délivré le 4 avril 1989
- [CHU03] Chua C.K., Leong K.F. and Lim C.S., *Rapid Prototyping : Principles and Applications, 2nd Edition*, World Scientific, (2003), ISBN : 981-238-117-1, ISBN : 981-238-120-1 (pbk)
- [CIR71] Ciraud, P., *Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung beliebiger Gegenstände aus beliebigem schmelzbarem Material*, brevet allemand DE 2263777, déposé le 28 décembre 1971, délivré le 5 juillet 1973
- [COH07] Adam L. Cohen, *EFAB Technology: Unlocking the Potential of Miniaturized Medical Devices*, 2007
- [CRU92] S. Scott Crump, *Apparatus and method for creating three-dimensional objects*, Patent number: 5,121,329 déposé le 30 octobre 1989, délivré le 9 juin 1992
- [CUS10] Site internet : <www.custompartnet.com>, consulté en octobre 2010
- [DEC86] Deckard, C., *Method and apparatus for producing parts by selective sintering*, U.S. Patent 4,863,538, déposé le 17 octobre 1986, délivré le 5 septembre 1989
- [FEY87] Feygin, M., *Apparatus and Method for Forming an Integral Object from lamination*, US patent 4,752,352, déposé le 17 avril 1987, délivré le 21 juin 1988
- [FEY89] Feygin, M., *Laser based machine for die and prototype manufacturing: Final report*, February 10, 1987--August 9, 1988, (5 février 1989)
- [FIG10] Site internet officiel du *Fluid Interface Groupe du MIT*, section projets : <<http://fluid.media.mit.edu/projects.html>>, consulté le 20 octobre 2010
- [FLA09] Joseph Flaherty, *\$5000 Printer Available Now! (For a limited time)*, 8 novembre 2009, <<http://replicatorinc.com/blog/2009/11/5000-printer-available-now-for-a-limited-time/>>, consulté le 10 décembre 2010
- [FOR10] Site internet <<http://www.technovelgy.com/ct/Science-Fiction-News.asp?NewsNum=2488>>, consulté le 21 octobre 2010
- [GEB03] Andreas Gebhardt, *Rapid Prototyping*, Hanser, (2003), ISBN : 3-446-21259-0
- [GIB10] Ian Gibson, David W. Rosen, Brent Stucker, *Additive Manufacturing Technologies : Rapid Prototyping to Direct Digital Manufacturing*, Springer, 61, (2010), ISBN : 978-1-4419-1119-3, e-ISBN : 978-1-4476-1120-9
- [GRE95] M. Greul *et al.*, Rapid prototyping of functional metallic parts, *Computers in Industry* 28, 23-28, (1995)
- [HOU79] Householder, P., *Molding process*, U.S. Patent 4,247,508, déposé le 3 décembre 1979, délivré le 27 janvier 1981
- [HUL84] Hull, C., *Method and apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography*, U.S. patent 4,575,330, déposé le 8 août 1984 et délivré le 11 mars 1986
- [KOC98] Koch *et al.*, *Apparatus and methods for monitoring and controlling multilayer laser cladding*, US patent 6,122,564, déposé le 30 juin 1998, délivré le 19 septembre 2000
- [KOC99] Kochan D., Himmer T., *LOM rapid prototyping for ceramic components*, Ceramic Forum International (Germany), Vol. 76, N°10, 5-9, (octobre 1999)
- [KUM10] S. Kumar, J.-P. Kruth, Composites by rapid prototyping technology, *Materials and Design* 31 (2010) 850–856
- [LAN97] Po-Ting Lan *et al.*, Determining fabrication orientations for rapid prototyping with stereolithography apparatus, *Computer-Aided Design*, Vol. 29. No. 1, 53-62, (1997)
- [LIA03] Y.S. Liao *et al.*, A new approach of online waste removal process for laminated object manufacturing (LOM), *Journal of Materials Processing Technology*, 140, 136–140, (2003)
- [LIN04] Lino F.J. *et al.*, Rapid prototyping and rapid tooling applied in product development of ceramic components, *Materials Science Forum*, Vol. 455-456, 835-838, (2004)
- [LIN07] Liulan Lin *et al.*, Design and Fabrication of Bone Tissue Engineering Scaffolds via Rapid Prototyping and CAD, *Journal of Rare Earth*, Vol. 25, Suppl., p.379, (Jun. 2007)

- [LIP02] Hod Lipson, Evan Malone, *Autonomous Self-Extending Machines for Accelerating Space Exploration*, Phase I Report, Cornell University, (2002)
- [MAS04] S.H. Masood, W.Q. Song, Development of new metal/polymer materials for rapid tooling using Fused deposition modelling, *Materials and Design* 25 (2004) 587–594
- [Mca05] Sara McMains, Mike Bailey, Richard Crawford, *Layered Manufacturing as a graphics display device*, SIGGRAPH '05 : SIGGRAPH 2005 Courses, (2005)
- [Mcb05] Sara McMains, *Layered Manufacturing Technologies*, *Communications of the ACM*, Vol.49, No.6, (Juin 2005)
- [MIC10] Site internet officiel de Microfabrica <<http://www.microfabrica.com>>, consulté le 12 novembre 2010
- [MIR07] A. Mirahmadi et al., Feasibility study of high frequency plasma aided rapid prototyping, *International Journal of Machine Tools & Manufacture* 47, 722-728, (2007)
- [NYR90] Nyrhilä, O. and Syrjälä, S., *Manufacture of dimensionally precise pieces by sintering*, Finnish patent 91725, déposé le 7 avril 1989, délivré le 5 décembre 1990
- [POM10] Site internet officiel du groupe POM, <www.pomgroup.com>, consulté en novembre 2010
- [QIA08] Ying-Ping Qian et al., Direct rapid high-temperature alloy prototyping by hybrid plasma-laser technology, *Journal of Materials Processing Technology* 208, 99-104, (2008)
- [REA10] Site internet de Realizer GmbH en anglais, <www.realizer.com/en>, onglet Downloads puis document *Image Brochure*, ou directement : <<http://www.realizer.com/en/wp-content/themes/realizer/Realizer.pdf>>, consulté en novembre 2010
- [REP10] Site internet officiel, <reprap.org>, consulté en décembre 2010
- [SAT00] Satoh Saburoh et al., *N2 laser stereolithography*, International symposium on laser precision microfabrication N°1, Saitama, Japan (June 14, 2000), Proc. SPIE, Vol. 4088, 183 (2000)
- [SEN03] Gautier Senlis, *Mise au point de suspensions thermofusibles compatibles avec un procédé de prototypage rapide de type impression pour la réalisation de structures céramiques de formulation $0,9\text{PbMg}_{0,33}\text{Nb}_{0,66}\text{O}_3$ (PMN)- $0,1\text{PbTiO}_3$ (PT)*, Thèse dirigée par Martine Lejeune et Thierry Chartier, Chimie Physique, Limoges : Université de Limoges, 247 p., (2003)
- [SHa04] M. Shellabearn O. Nyrhilä, *DMLS : Development History and state of the art*, presented at LANE 2004 conference, Erlangen, Germany, (Sept. 21-24, 2004)
- [SHA07] P.G. Shao et al., Rapid prototyping of micro/nano poly (methyl methacrylate) fluidic systems using proton beam writing, *Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B* 260, 362–365, (2007)
- [SHb04] M.Shellabear et al., E-Manufacturing with laser-sintering – To series production and beyond, Laser Assisted Net Shape Engineering 4, *Proceedings of the LANE 2004*, 435-444, (2004)
- [SPA08] Steve Spanoudis, Modeling the future, Présentation, (Mai 2008)
- [STA09] R. Stamp et al., The development of a scanning strategy for the manufacture of porous biomaterials by selective laser melting, *J. Mater. Sci: Mater. Med.*, 20, 1839–1848, (2009)
- [STE09] Site internet de Kyle Stetz, <kylestetzerp.wordpress.com>, article du 20 août 2009, consulté le 12 novembre 2010
- [TEK08] P. Tek et al., Rapid prototyping for neuroscience and neural engineering, *Journal of Neuroscience Methods* 172, 263–269, (2008)
- [WAN09] Wei Wang, Xiaofeng Shang, Functionally Gradient Material Laser Rapid Prototyping Technique, *Tsinghua Science and Technology*, 14 (S1), 192-199, (Jun. 2009)
- [WEI04] Weisensel L. et al., Laminated Objects Manufacturing (LOM) of SiSiC composites, *Advanced engineering materials*, Vol. 6, n°11, 855,899-903, (2004)
- [WOE05] A. Woesz et al., Towards bone replacement materials from calcium phosphates via rapid prototyping and ceramic gelcasting, *Materials Science and Engineering C* 25, 181–186, (2005)
- [YAD07] I. Yadroitsev et al., Application of laser assisted technologies for fabrication of functionally

graded coatings and objects for the International Thermonuclear Experimental Reactor components, *Journal of Nuclear Materials* 362, 189–196, (2007)

[Yle04] S. Yi *et al.*, Study of the key technologies of LOM for functional metal parts, *Journal of Materials Processing Technology* 150, 175–181, (2004)

[ZHA01] Y. Zhang *et al.*, Al₂O₃ ceramics preparation by LOM (laminated object manufacturing), *International journal of advanced manufacturing technology*, Vol. 17, n°7, 531-534, (2001)

[ZHA03] Haiou Zhang *et al.*, Fundamental study on plasma deposition manufacturing, *Surface and Coatings Technology* 171, 112–118, (2003)

[ZOU09] Haiping Zou *et al.*, Rapid Manufacturing of FGM Components by Using Electromagnetic Compressed Plasma Deposition, *PIERS Proceedings*, Moscow, Russia, 1953-1956, (18-21 Août 2009)

Singularités du procédé SLM

Physique électromagnétique

2. SINGULARITÉS DU PROCÉDÉ SLM – PHYSIQUE ÉLECTROMAGNÉTIQUE.....	42
2.1. FONCTIONNEMENT D'UN SYSTÈME LASER	42
2.1.1. Cavit� laser et amplification.....	42
2.1.2. Transmission par fibres optiques.....	45
2.2. PARAMÈTRES OPÉRATOIRES DU PROCÉDÉ SLM	47
2.2.1. Paramètres laser.....	47
2.2.1.1. Longueur d'onde	47
2.2.1.2. Polarisation.....	49
2.2.1.3. Puissance et densité de puissance du laser.....	54
2.2.1.4. Vitesse de balayage.....	55
2.2.1.5. Empreinte du faisceau.....	55
2.2.1.6. Relation entre puissance, vitesse et taille d'empreinte.....	58
2.2.1.7. Mode transverse du laser	59
2.2.2. Paramètres du matériau.....	62
2.2.2.1. La granulomorphie.....	62
2.2.2.2. Le lit de poudre.....	62
2.3. ABSORPTION DE LA LUMIÈRE.....	66
2.3.1. Réflectivité des métaux dans l'infrarouge	66
2.3.2. Absorption des métaux dans l'ultraviolet.....	70
2.3.3. Évolution de l'absorptivité avec la température.....	72
2.3.4. Informations complémentaires	73
2.4. COMPOSITION DE LA MACHINE PHÉNIX PM100	75
2.5. MODÈLE GÉOMÉTRIQUE DU PROCÉDÉ DE FUSION SÉLECTIVE PAR LASER.....	78
2.5.1. Modèle à front plan.....	79
2.5.2. Modèle à front elliptique	81
2.5.3. Prise en compte du retrait latéral.....	89
2.5.4. Sensibilité aux paramètres par études statistiques et front parabolique	92
RÉFÉRENCES.....	100

« Il faut cogner plus fort. Les électrons sont de timides petites choses mais assez fantasques ; il faut leur montrer qui commande. »

Gwen Hazel, *Le chat passe-muraille*, ROBERT A. HEINLEIN

2. SINGULARITÉS DU PROCÉDÉ SLM – PHYSIQUE ÉLECTROMAGNÉTIQUE

Le procédé de fusion sélective par laser (selective laser melting, SLM), est basé sur l'idée simple, quoiqu'ingénieuse, d'une fabrication étagée. Cette simplicité conceptuelle cache des phénomènes physiques complexes dont les interactions, couplages et résultantes ne sont pas toujours bien maîtrisés et compris. Après un bref paragraphe résumant le fonctionnement d'un dispositif à émission laser, ce chapitre s'attachera à décrire les paramètres opératoires importants du procédé. Cette présentation tentera d'introduire des considérations physiques et sera suivi d'une description des mécanismes connus, au niveau microscopique, de l'interaction lumière-matière permettant d'aboutir à la fusion d'un métal. Enfin, après une présentation rapide de la machine Phénix PM100 du laboratoire, ce chapitre se clôturera par la mise en équation de l'étape de mise en couche, première étape du procédé. Ceci permettra d'en montrer certaines spécificités et de fixer les idées sur le déroulement concret d'une fabrication. Les résultats expérimentaux associés et définissant l'étude paramétrique seront présentés au chapitre 3.

2.1. FONCTIONNEMENT D'UN SYSTÈME LASER

2.1.1. Cavité laser et amplification

Ce paragraphe s'attache à décrire de manière très simple le fonctionnement d'un dispositif à émission laser [EZE13]. Certaines des notions utilisées ici seront développées plus loin.

Un système d'émission laser est constitué de trois éléments : la cavité qui est délimitée par des miroirs, le milieu amplificateur et la pompe qui représente la source énergétique.

La cavité laser est simplement formée de deux miroirs placés en vis-à-vis, comme l'indique la Figure 2.1 (a). Pour une telle configuration, seuls les modes longitudinaux peuvent se propager. Ils correspondent aux ondes stationnaires pour lesquelles la longueur de la cavité représente un multiple entier de la demi-longueur d'onde. Si la longueur de la cavité vaut L et que la longueur d'onde d'un mode longitudinal est λ , alors les modes longitudinaux de la cavité sont tels que :

$$\forall n \in \mathbb{N}^*, L = n \frac{\lambda}{2} \quad (2.1)$$

En termes fréquentiels, et en notant c la vitesse de la lumière dans le vide, les fréquences de vibration ν accessibles sont :

$$\forall n \in \mathbb{N}^*, \nu = n \frac{c}{2L} \quad (2.2)$$

Pour toute autre fréquence ou longueur d'onde, les interférences agissent de manière destructive et l'onde ne peut perdurer.

Il y a une infinité de modes, et ceux-ci sont tous dénombrables. Ces fréquences indiquent les fréquences d'excitation possible du laser. Plus la cavité est petite, et plus les fréquences des modes longitudinaux sont proches les unes des autres.

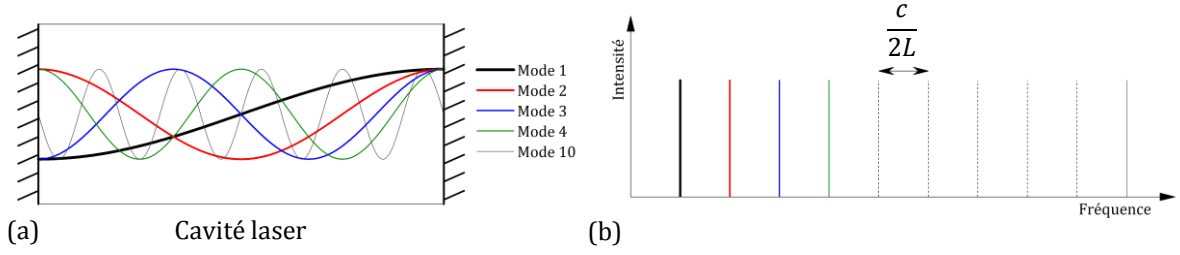


Figure 2.1 – (a) Représentation temporelle des premiers modes longitudinaux pouvant perdurer dans la cavité laser. Pour simplifier la représentation, la cavité est fermée par deux miroirs plans. En fait, une telle configuration ne permet pas de garantir la stabilité de l'oscillation laser. (b) Spectre fréquentiel de la cavité.

Afin de garantir la stabilité de la cavité laser, une condition est à respecter sur l'arrangement des miroirs. En notant ρ_i le rayon de courbure du miroir i , il faut que

$$0 < \left(1 - \frac{L}{\rho_1}\right) \left(1 - \frac{L}{\rho_2}\right) < 1 \quad (2.3)$$

Une telle cavité forme un oscillateur optique. En tant que tel il perd de l'énergie, comme un pendule, une corde vibrante ou un circuit LC. Cette perte d'énergie provient de l'absorption par les miroirs qui ne sont pas complètement réfléchissants. Pour faire en sorte que l'oscillation perdure, il est nécessaire d'insérer dans la cavité un amplificateur de lumière. La cavité représentée sur la Figure 2.1 à titre d'exemple n'est pas stable car elle est constituée de deux miroirs plans. Pour respecter la condition (2.3) il faut qu'au moins un des deux miroirs soit convexe.

L'amplificateur permet de surmonter la perte qu'engendrent les miroirs pendant les allers-retours que la lumière fait entre ceux-ci. L'idée principale est d'abord de limiter les pertes pour qu'il ne soit pas nécessaire d'utiliser un gros amplificateur car la technologie est d'autant plus délicate et plus chère que le gain à avoir est important. Pour augmenter le gain de l'amplificateur, il faut allonger le milieu amplificateur et donc la cavité laser, ce qui influence la fréquence des modes longitudinaux. Le gain peut être ajusté pour n'amplifier qu'une seule fréquence particulière. La transmission, à l'extérieur de la cavité, de la lumière amplifiée à l'intérieur se fait par un miroir semi-réfléchissant. La cavité est en fait composée d'un miroir (presque) parfait et d'un miroir qui transmet partiellement la lumière afin de pouvoir récupérer le faisceau.

L'amplification de la lumière se fait sur la base de l'émission stimulée, phénomène physique théorisé par Albert Einstein en 1917 sur la base de considérations thermodynamiques, et qui fut observé pour la première fois en mai 1960 par le physicien américain Theodore Maiman, et son équipe, lorsqu'ils allumèrent ce qui était alors le premier laser à rubis.

Lorsqu'un électron absorbe un photon au sein d'un atome, il peut passer sur une orbitale d'énergie supérieure si l'énergie est suffisante. C'est le phénomène d'absorption. L'électron alors positionné sur sa nouvelle orbitale peut revenir à son état initial et émettre un nouveau photon. Cette émission, qui traduit une perte d'énergie, se produit dans une direction aléatoire. Mais si un photon résonnant, c'est-à-dire dont l'énergie est identique à celui absorbé, passe au voisinage de l'électron pendant que celui-ci est sur une orbite haute, le photon résonnant va demander à l'électron de libérer le premier photon, celui qu'il a absorbé plus tôt. Le second photon repart alors avec un compagnon identique à lui-même, un clone, car le photon est un boson. En d'autres termes, la fréquence, la phase, la polarisation et la direction de propagation du photon induit sont identiques à celles du photon inducteur.

Évidemment, pour qu'un tel processus serve à une amplification notable, il faut que la quantité d'atomes excités soit supérieure à celle des atomes non excités. C'est l'objectif du *pompage optique* ou électrique, qui permet l'*inversion de population*. Cette inversion de population ne peut pas s'établir en prenant en compte uniquement deux niveaux d'énergie, car dans ce cas, au mieux, les deux niveaux possèdent la même population et l'amplificateur est transparent. Il faut au minimum trois niveaux d'énergie distincts. La pompe optique, qui transforme de l'énergie électrique en énergie lumineuse, possède une fréquence de résonance qui permet de placer les électrons de certains atomes du milieu amplificateur sur le niveau énergétique le plus élevé des trois (niveau 3). De fait, le niveau intermédiaire (niveau 2) est vide ou pratiquement vide, et il existe alors une inversion de population importante entre le niveau 3 et le niveau 2. L'amplification se produit pour la fréquence caractérisant cette transition. Il est alors nécessaire de ramener l'électron sur son niveau de plus basse énergie afin que le pompage optique puisse continuer à s'effectuer. Pour les lasers continus, le dépeuplement du niveau 2 doit être plus rapide que le temps de désexcitation du niveau 3 au niveau 2 pour permettre un approvisionnement suffisant d'électron sur le niveau 3 par la pompe.

Pour que le laser démarre, il suffit d'attendre qu'un photon soit émis dans l'axe de la cavité lors d'une désexcitation spontanée du niveau 3 au niveau 2. Une fois qu'un photon est orienté dans la bonne direction, l'émission stimulée augmente le nombre de photons vibrant autour de la fréquence fondamentale. Ces mécanismes permettent de mettre en place et d'entretenir l'effet laser.

Le milieu amplificateur possède une certaine bande passante, c'est-à-dire qu'il peut amplifier la lumière sur un spectre plus ou moins large. Pour les lasers à gaz, par exemple, la bande passante est régie notamment par la fréquence de collision entre atomes et l'effet Doppler (voir [Annexe A](#)). Cette bande passante détermine la largeur du spectre que peut avoir la lumière laser. Si les fréquences des modes longitudinaux sont suffisamment proches les unes des autres pour que plusieurs d'entre elles soient incluses dans la bande passante alors elles seront toutes amplifiées ([Figure 2.2](#)).

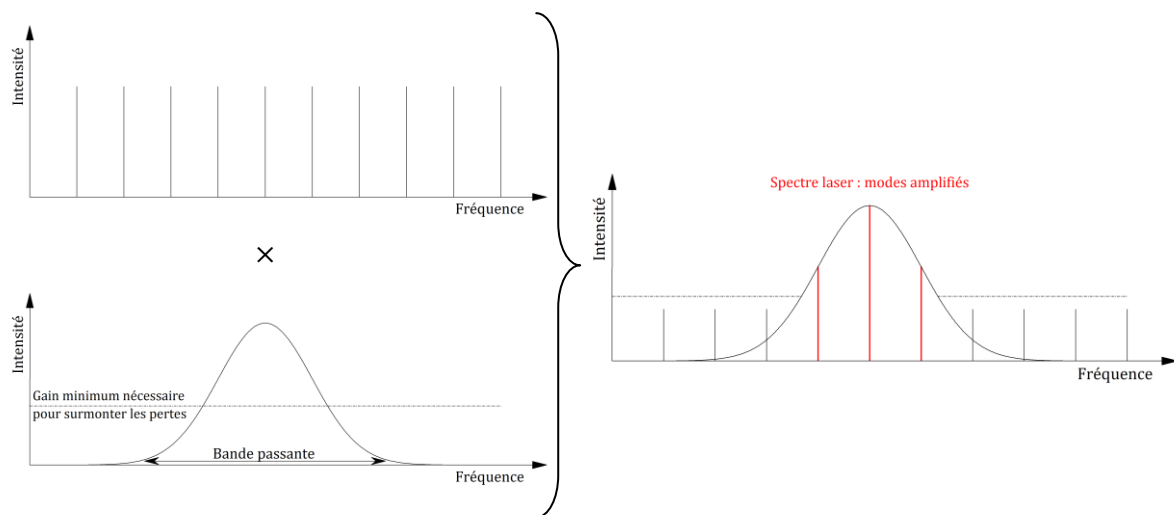


Figure 2.2 – Représentation de la combinaison du spectre fréquentiel de la cavité et de la bande passante du milieu amplificateur qui aboutit à l'amplification de plusieurs fréquences, ou modes.

Il est possible de faire en sorte qu'une seule fréquence soit amplifiée et de modifier celle-ci en variant la longueur de la cavité. Le dispositif laser est alors *accordable* dans la bande passante de l'amplificateur. Plus celle-ci est large, plus le spectre atteint par le laser peut être large.

L'intérêt d'un laser accordable réside dans la maîtrise de la longueur d'onde qui permet de faire en sorte que le faisceau interagisse avec des atomes ou des molécules spécifiques pour les faire entrer en résonance. Il est alors possible d'étudier la structure de certains solides, liquides et molécules de gaz (spectroscopie). Pour certaines applications, notamment la transmission d'information, l'accordage du laser permet, au contraire, d'éviter l'absorption du rayonnement par des atomes spécifiques. L'accordage d'un laser est plus simple si ses miroirs sont externes au milieu amplificateur car il suffit d'ajuster la longueur qui les sépare. D'ailleurs, il est facile d'observer qu'un mauvais réglage de cette longueur peut empêcher l'amplification et éteindre totalement le laser. Par exemple, un laser CO₂ émet à 10,6 μm parce qu'il existe un système moléculaire qui permet de renforcer la vibration lumineuse à cette fréquence précise. Mais si cette fréquence ne peut pas perdurer car la longueur de la cavité n'est pas ajustée correctement, alors le système moléculaire n'a rien à amplifier. Malgré l'existence du milieu amplificateur, le dispositif laser n'émet pas. Parfois, l'augmentation de température dans la cavité se charge d'en modifier la longueur et aboutit à cette extinction. La longueur de la cavité joue donc aussi un rôle de filtre. De ce fait la fabrication de lasers solides est délicate puisqu'il faut produire la cavité cristalline aux bonnes dimensions. Ainsi, chaque dispositif est un peu différent et possède sa propre personnalité.

Les modes d'un laser à miroirs externes, pour lequel la distance entre miroirs est modifiable, ont tous la même polarisation tandis que les modes d'un laser à miroirs internes sans dispositif placé à l'angle de Brewster peuvent avoir une polarisation différente. Il est nécessaire d'ajouter un polariseur en sortie de cavité pour sélectionner celle d'intérêt. Ces lasers fonctionnent selon une seule fréquence, ce qui permet d'obtenir une longueur de cohérence importante. Si la bande passante de l'amplificateur est trop large, il est possible d'insérer un filtre sur le trajet du faisceau dont la largeur de la bande passante est inférieure. Cette solution est pratique mais induit des pertes énergétiques.

Certaines applications ont besoin d'une telle propriété spectrale, comme les télécoms et la détection radar. D'autres domaines peuvent s'en passer, notamment la médecine et le traitement laser des matériaux...

Il existe des dispositifs à effet laser depuis les radiations ultraviolettes jusqu'à l'infrarouge lointain, mais la largeur spectrale peut être assez importante si la longueur d'onde modale n'est pas située dans le visible ou l'infrarouge proche. Aujourd'hui il existe toutes sortes de techniques pour créer un laser à une longueur d'onde spécifique s'il n'existe pas déjà.

2.1.2. Transmission par fibres optiques

Les fibres optiques sont des guides d'ondes constituées de trois parties coaxiales : le cœur de la fibre, la gaine et la protection comme l'indique la Figure 2.3. Il existe plusieurs types de fibres selon les modes dont elles permettent la propagation ou selon la composition de la silice qui les constitue.

Dans les fibres optiques à *saut d'indice*, le cœur de la fibre possède un indice de réfraction plus important que celui de la gaine, de sorte que la lumière se propage dans le cœur car elle reste confinée du fait de la réflexion totale sur la gaine.

Les fibres *monomodes* ont un cœur de diamètre très fin afin d'empêcher les modes autres que le mode TEM₀₀ de se propager. Les fibres *multimodes* ont un cœur plus large, donc la lumière peut y entrer avec des angles plus importants et les modes transverses sont transmis. Si plusieurs de ces modes voyagent dans la fibre, les motifs se superposent.

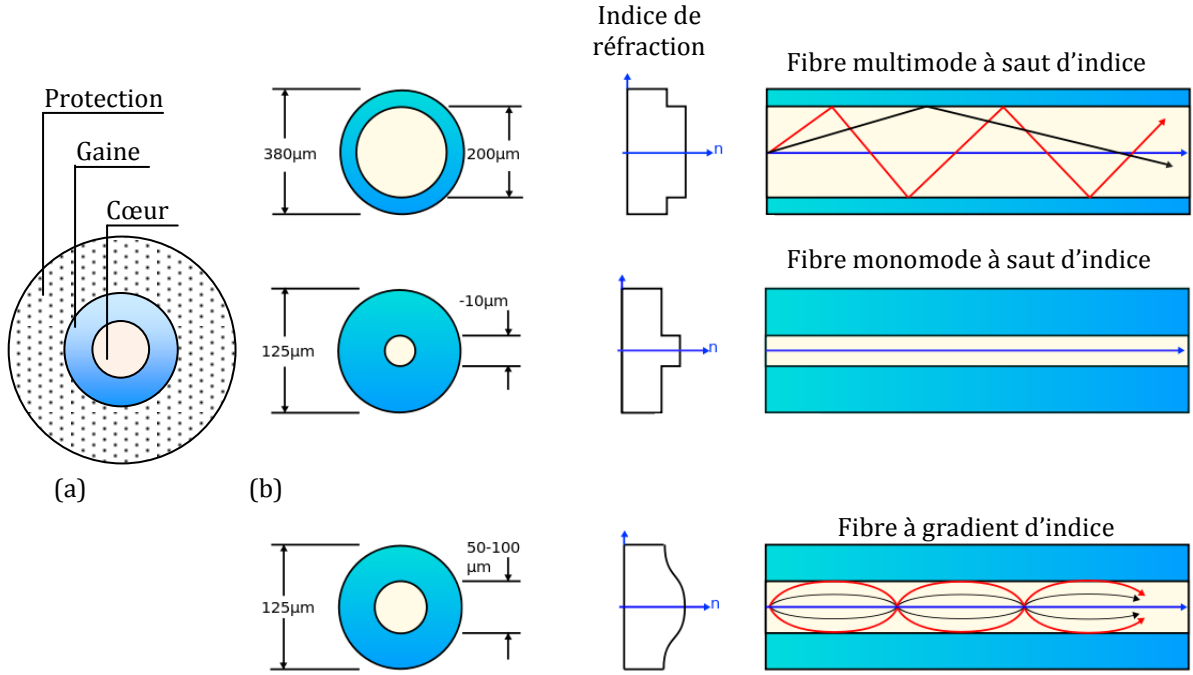


Figure 2.3 – (a) Représentation d'une section droite d'une fibre optique. La couche externe n'ayant qu'un rôle de protection mécanique, elle ne sera plus représentée. (b) Différences entre les types de fibre optique. Image tirée de [WF013] avant modifications.

Le caractère monomode ou multimode d'une fibre à saut d'indice est déterminé à l'aide d'un paramètre appelé le nombre V (V number) qui vaut :

$$V = \frac{2\pi}{\lambda} a \sqrt{n_{\text{cœur}}^2 - n_{\text{gaine}}^2} \quad (2.4)$$

Avec λ la longueur d'onde du mode TEM_{00} , a le diamètre du cœur de la fibre et n_i l'indice de réfraction du milieu i .

Si V est très petit, l'onde se propage principalement dans la gaine et non dans le cœur de la fibre. Lorsque $V < 2,4$, un seul mode peut se propager et lorsque $V > 2,4$ la fibre est multimode. Le nombre de mode qui peut se propager dépend de la valeur de V . Plus elle est importante, plus le nombre de modes transverses qui peuvent se propager en même temps est grand. Ces modes voyagent à des vitesses différentes.

Dans les fibres optiques à *gradient d'indice*, la gaine n'a plus un indice de réfraction constant. Elle présente un gradient d'indice de telle sorte que la lumière n'est plus réfléchi à l'interface cœur-gaine mais est graduellement courbée vers le centre de la fibre. Ces fibres permettent la transmission des modes transverses et ont une plus grande bande passante que les fibres à saut d'indice. [YA013]

Enfin, dans les dispositifs laser à fibre, où le milieu amplificateur est la fibre elle-même dopée avec des ions de terres rares, les extrémités de la fibre présentent généralement un réseau de Bragg (*fiber Bragg grating*) produit par irradiation ultraviolette. Celui-ci joue le même rôle que les miroirs dans les systèmes laser solides ou à gaz par l'intermédiaire d'un jeu d'interférences.

2.2. PARAMÈTRES OPÉRATOIRES DU PROCÉDÉ SLM

Le procédé de fusion sélective par laser peut être vu comme une association entre trois modules physiques : l'unité laser, le matériau et la machine qui fait le lien entre les deux. Les paramètres opératoires peuvent alors se classer en trois catégories suivant l'unité à laquelle ils se rattachent. Les paramètres relevant du laser sont : la puissance, le mode, le diamètre de l'empreinte du faisceau, la longueur d'onde ainsi que sa polarisation. Au niveau du matériau, sa nature élémentaire, c'est-à-dire sa composition, ainsi que la répartition granulométrique de la poudre conditionne grandement la réussite du procédé. Enfin, la hauteur de poudre à irradier, la stratégie d'irradiation ainsi que la température et la pression partielle d'oxygène dans l'enceinte de fabrication représentent les paramètres liés à la machine. La vitesse de balayage est aussi un paramètre lié à la machine, mais il sera traité comme un paramètre du faisceau laser, à la suite de la puissance

2.2.1. Paramètres laser

2.2.1.1. Longueur d'onde

La longueur d'onde du faisceau laser gouverne de manière importante la quantité d'énergie qui pourra en être extraite par le matériau. Par exemple, un laser de couleur visible ne pourra apporter qu'une très faible partie de son énergie à un matériau comme le verre ou le PET, car ceux-ci sont transparents pour de telles radiations ; leur structure atomique et moléculaire ne sont que peu réceptives à l'énergie que représente la longueur d'onde du faisceau.

La *réflectivité* est un paramètre qui permet d'évaluer l'efficacité d'une radiation lumineuse à transmettre son énergie à un milieu. Elle mesure le rapport entre l'énergie réfléchie par un milieu et l'énergie incidente, pour une longueur d'onde donnée. Cette valeur évolue entre 0 et 1. Dans le premier cas, la totalité de l'énergie est transmise, dans le second cas elle est totalement réfléchie. Toutefois, ce n'est pas parce que l'énergie est transmise au matériau que celui-ci est capable de l'absorber pour chauffer.

Tout matériau possède un indice de réfraction complexe qui évolue en fonction de la longueur d'onde. La partie réelle de cet indice est simplement appelé *indice de réfraction*, tandis que la partie imaginaire est appelé *coefficient d'extinction*⁴. Si l'indice de réfraction caractérise le temps que met la lumière à se propager dans le milieu, le coefficient d'absorption caractérise la facilité avec laquelle l'onde est absorbée⁵. Ainsi, si la réflectivité est nulle mais que le coefficient d'extinction est faible, la lumière se propage dans le milieu, avec une perte faible et elle peut donc ressortir. Le milieu est transparent à cette longueur d'onde. Inversement, si le coefficient d'extinction est important, l'onde est absorbée et le milieu est opaque. La somme de l'énergie réfléchie et de l'énergie absorbée par un milieu, si celui est opaque, est égale à l'énergie incidente. Dans ce cas uniquement, du fait de la conservation d'énergie, il est possible de définir l'absorptivité comme le complémentaire à 1 de la réflectivité. C'est le cas pour les métaux irradiés avec une lumière visible.

La Figure 2.4 permet de montrer plusieurs choses. Tout d'abord, sur la plage représentée, la réflectivité des métaux augmente avec la longueur d'onde, c'est-à-dire que l'énergie lumineuse est de moins en moins transmise au métal à mesure que la longueur d'onde

⁴ L'indice de réfraction n est toujours positif de même que le coefficient d'extinction κ qui, dans le cas des matériaux transparents est considéré comme nul.

⁵ À ce titre, il n'est pas rare que ce coefficient soit appelé aussi « coefficient d'absorption ». Toutefois, le coefficient d'absorption α fait appel à une dimension spatiale et s'exprime à l'aide du coefficient d'extinction κ et de la longueur d'onde λ du rayonnement tel que $\alpha\lambda = 4\pi\kappa$. Cette grandeur permet de déterminer l'intensité d'une onde électromagnétique à une profondeur z donnée, dans un matériau. En effet, l'intensité $I(z)$ est égale à $I_0 e^{-\alpha z}$. Lorsque l'intensité n'est plus égale qu'à $e^{-2} = 13,5\%$, la profondeur z correspondante est telle que $\alpha z = 2$ soit $2\pi\kappa z = \lambda$. Ce sont ces équations qui permettent de tracer la Figure 2.4(c).

incidente augmente. Par exemple, à 1,064 μm , le nickel ne peut, au maximum, qu'absorber 27,4% de l'énergie lumineuse et 1,8% à 10,6 μm . En parallèle, les valeurs du coefficient d'extinction et de la profondeur de pénétration indiquent que cette énergie est absorbée facilement. Dans le domaine ultraviolet (UV), tous les métaux ont une réflectivité très faible. Mais, en même temps, le coefficient d'extinction est aussi plus faible, ce qui signifie que l'énergie lumineuse est absorbée moins rapidement. La profondeur de pénétration est plus importante. Ces métaux ne sont pas pour autant transparents aux UV car la totalité de l'énergie est absorbée avant un millimètre de profondeur.

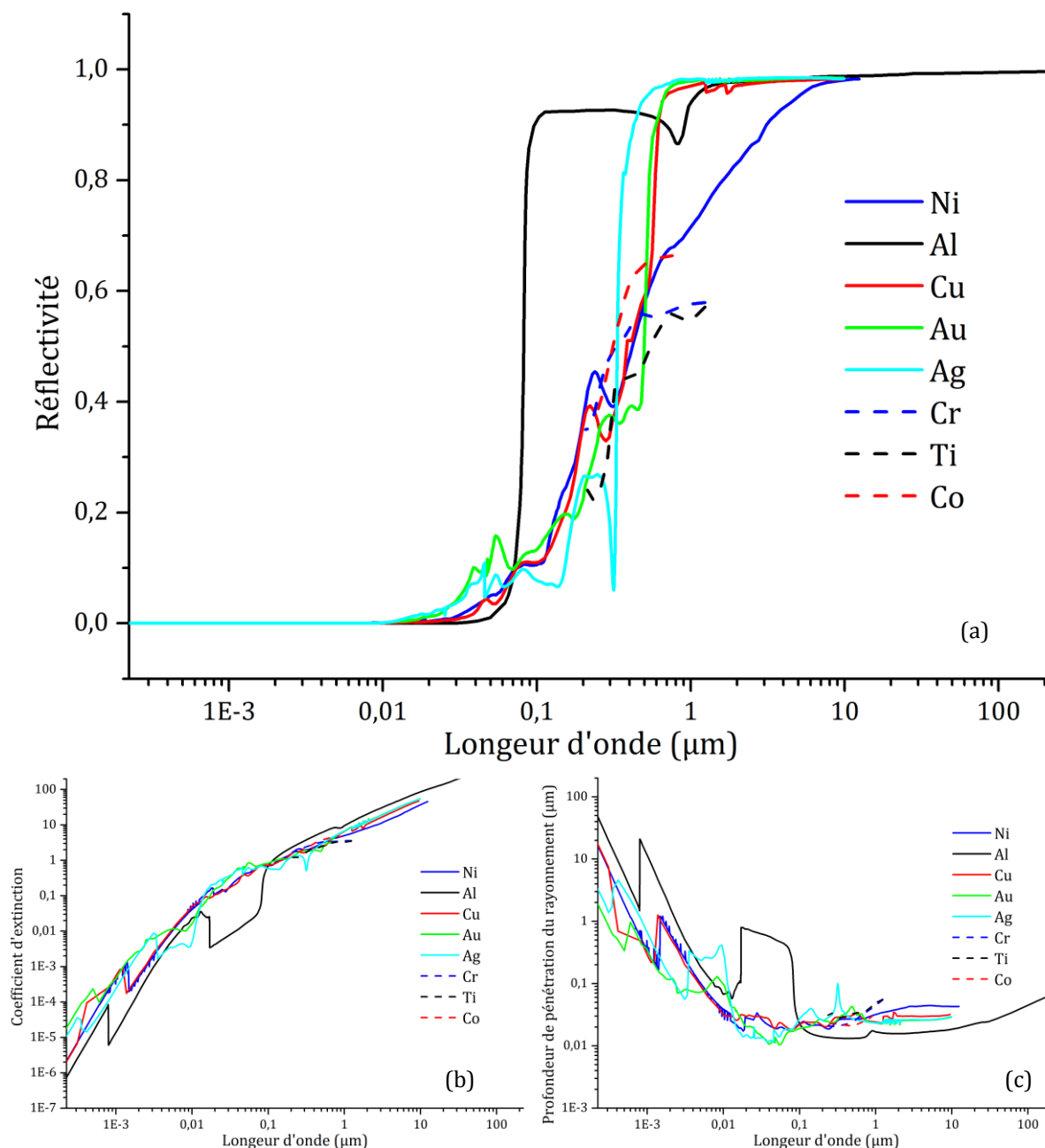


Figure 2.4 – (a) Réflectivité de quelques métaux en incidence normale en fonction de la longueur d'onde. Le milieu incident est l'air et les mesures sont faites à température ambiante. (b) Coefficient d'extinction de ces métaux en fonction de la longueur d'onde. (c) Profondeur de pénétration du rayonnement électromagnétique, pour laquelle 86,5 % de l'énergie a été absorbée, en fonction de la longueur d'onde.[REF13]

Pour pouvoir chauffer efficacement avec un laser, il faut que sa longueur d'onde corresponde à la fois à un rayonnement peu réfléchi et à un rayonnement fortement absorbé. La longueur d'onde qui semblerait la plus efficace dans l'infrarouge pour l'aluminium est aux alentours de 0,795 μm . Un laser He-Ne irradiant à 632,8 nm pourrait convenir. En ce qui concerne le nickel, le laser Nd-YAG à 1064 nm semble le plus efficace. Toutefois, un doublement de fréquence de ce laser permettrait d'irradier à 532 nm, là où la réflectivité n'est plus que d'environ 50% tandis que le coefficient d'absorption passe de 5,3 à 3,1 ce qui ne change fondamentalement pas la facilité d'absorption.

Dans le cas où le métal irradié n'est pas massif mais se présente sous la forme de couches de faible épaisseur, la propriété à prendre en compte est la *réflectance*, qui évolue avec l'épaisseur de la couche et qui peut tenir compte des réflexions multiples. En fait, la réflectivité n'est que la valeur limite que prend la réflectance lorsque celle-ci n'est plus influencée par l'épaisseur de la couche. En d'autres termes, la réflectivité est la valeur de la réflectance d'un milieu semi-infini.

Comme il vient d'être vu, l'épaisseur de la couche influence directement la quantité d'énergie que le matériau peut absorber. Dans le cas des UV, la réflexion est quasi nulle et si l'échantillon fait quelques nanomètres d'épaisseur, la quantité d'énergie absorbée est faible. L'énergie non réfléchie et non absorbée est alors transmise à l'extérieur du matériau. Celui-ci n'est ni totalement transparent, ni totalement opaque. Il est alors défini la transmittance, comme le complément à 1 de la réflectivité et de l'absorptivité, toujours du fait de la conservation d'énergie. Cette définition s'applique en fait à tous les matériaux. Seulement, les matériaux opaques à une plage de longueur d'onde ont une transmittance nulle.

Un faisceau laser est souvent dit monochromatique, c'est-à-dire que le spectre fréquentiel est composé d'une unique fréquence. Dans les faits, un tel phénomène est impossible, car une onde respectant cette condition aurait un train d'onde infini. Cela signifierait que son existence temporelle serait infinie et que, par voie de conséquence, son énergie serait aussi infinie... En réalité, le spectre fréquentiel (ou de longueur d'onde) d'un laser se présente sous la forme d'un profil pseudo-Voigt dont la largeur à mi-hauteur définit la largeur spectrale. Là où une lampe spectrale classique possède une largeur à mi-hauteur de quelques GHz, les lasers tournent autour du MHz et peuvent atteindre, dans certaines conditions bien particulières, quelques μHz . Les lasers possèdent donc une grande « pureté spectrale », mais le faisceau n'est pas rigoureusement monochromatique. [EZE13]

L'annexe 1 présente quelques phénomènes physiques permettant d'expliquer l'existence de cette largeur spectrale, outre l'impossibilité de l'existence d'une onde d'énergie infinie. Cela permet d'ailleurs d'expliquer pourquoi une raie électronique d'émission ou d'absorption est visible.

Une lumière de couleur donnée peut encore être décomposée, en deux lumières de polarisation différente [FEY87]. Ainsi, un autre paramètre important qui permet de définir la radiation laser est sa polarisation.

2.2.1.2. Polarisation

La polarisation permet de caractériser la façon dont vibre le champ électrique des photons (ainsi que le champ magnétique qui lui est associé). Cette polarisation peut être linéaire, circulaire, ou elliptique.

Dans tous les cas la description se fait généralement à partir du champ électrique. Pour une onde plane, ce dernier est toujours perpendiculaire au vecteur d'onde du photon, c'est-à-dire à sa direction de propagation, eux-mêmes perpendiculaires au champ magnétique. Ainsi, le champ électrique, le champ magnétique et le vecteur d'onde forment un trièdre direct. Ces directions peuvent servir à définir un repère $(O, \vec{x}, \vec{y}, \vec{z})$ dans lequel se propage l'onde. En

admettant que la propagation se fait suivant \vec{z} , le champ électrique peut s'écrire avec deux composantes : une selon \vec{x} et une autre selon \vec{y} .

La polarisation est linéaire lorsque le champ électrique oscille dans un plan unique. C'est-à-dire qu'une des deux composantes selon \vec{x} ou \vec{y} est nulle. Deux types de polarisation linéaire sont à distinguer. Lorsque l'onde ou le photon rencontre un dioptré, la polarisation est dite p (de l'anglais *parallel*) si le champ électrique est parallèle au plan d'incidence (c'est-à-dire qu'il appartient à celui-ci) et elle est dite s (de l'allemand *senkrecht*) si le champ électrique est perpendiculaire au plan d'incidence⁶ comme le montre la Figure 2.5. Ces deux polarisations n'ont pas le même comportement vis-à-vis de la surface.

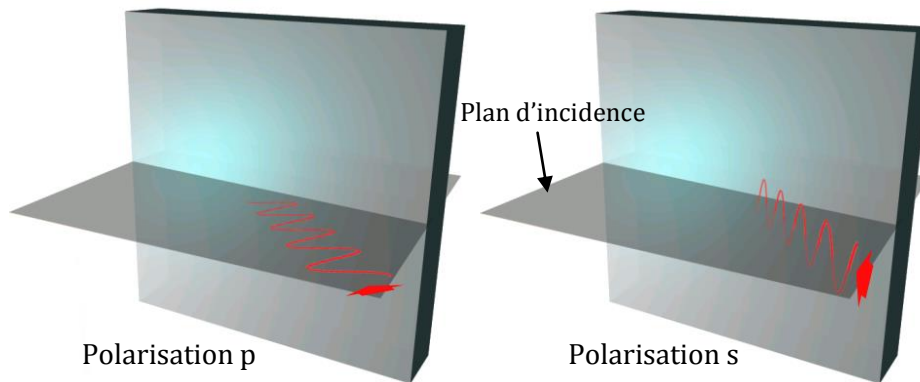


Figure 2.5 – Représentation d'un photon dont l'oscillation électrique évolue parallèlement au plan d'incidence, donc polarisé p, à gauche, et d'un photon polarisé s, à droite, dont le champ électrique oscille perpendiculairement au plan d'incidence. [WP013]

La polarisation est circulaire lorsque le champ électrique tourne, à amplitude constante, autour du vecteur d'onde. Cela traduit le fait que les deux composantes selon \vec{x} et \vec{y} (ou s et p), ne sont pas en phase. Par convention, la direction de rotation est donnée en considérant que le photon arrive à l'observateur. Si le champ électrique tourne dans le sens horaire la polarisation est circulaire droite ; elle est circulaire gauche pour une rotation en sens trigonométrique.

Lorsqu'une composante du champ (E_x ou E_y) est plus importante que l'autre (respectivement E_y ou E_x), la rotation du champ ne décrit alors plus un cercle mais une ellipse. La polarisation est alors elliptique et la même distinction, droite ou gauche, que la polarisation circulaire peut être faite. Un exemple est donné sur la Figure 2.6. Toute polarisation circulaire ou elliptique peut être décomposée en tant que somme d'une onde polarisée linéairement p et d'une onde polarisée linéairement s.

Il s'agit là de la polarisation propre des photons. Si, dans un faisceau lumineux, tous les photons ont la même polarisation alors le faisceau est dit polarisé linéairement, circulairement ou elliptiquement. Lorsqu'aucune direction de polarisation n'est vraiment majoritaire, qu'elles sont toutes distribuées aléatoirement, l'onde est alors dite « polarisée aléatoirement ». Ceci signifie que la moyenne temporelle de la polarisation est nulle. Par abus de langage, l'onde est souvent dite « non polarisée », ce qui est un contresens physique. La polarisation existe toujours,

⁶ L'électrodynamique quantique enseigne qu'il existe en fait quatre directions de polarisation. Feynman écrit à ce propos (p. 160) [FEY87] :

« Les photons existent en fait sous quatre formes différentes, appelées polarisation, géométriquement associées aux directions de l'espace et du temps. Il y a donc des photons polarisés suivants les directions $\vec{x}, \vec{y}, \vec{z}$ et \vec{t} . (Vous avez peut-être déjà lu quelque part que la lumière n'a que deux états de polarisation ; un photon allant dans la direction \vec{z} , par exemple, peut être polarisé transversalement dans la direction \vec{x} ou dans la direction \vec{y} . Eh bien, vous vous en doutez : dans le cas où le photon parcourt une grande distance et semble aller à la vitesse de la lumière, les amplitudes des termes \vec{z} et \vec{t} se compensent exactement. Mais pour des photons virtuels, allant d'un proton à un électron dans un atome, c'est la composante \vec{t} qui est la plus importante. »

simplement la direction de polarisation change de telle sorte que, en moyenne, toutes les directions ont la même occurrence ; mais cela ne présuppose en rien l'évolution temporelle de cette direction.

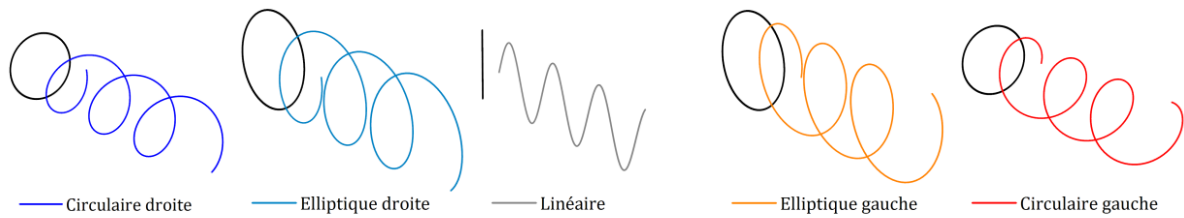


Figure 2.6 – Représentation de différentes polarisations possibles pour une onde plane.

Il existe d'autres polarisations possibles lorsque le sujet d'étude n'est plus un photon mais un faisceau lumineux. Par exemple, les polarisations radiales et azimutales. La polarisation est dite radiale lorsqu'en tout point du faisceau le champ électrique pointe vers le centre, c'est-à-dire est aligné avec la direction radiale. De concept similaire, la polarisation est azimutale lorsque le champ électrique est en tout point normal à la direction radiale.

Il se conçoit alors facilement qu'un photon isolé ne peut pas être polarisé radialement ou azimutalement. Les photons qui forment un tel faisceau sont tous polarisés linéairement ! Et le faisceau contient à la fois des photons polarisés s et des photons polarisés p ainsi qu'une multitude de photon polarisés « entre les deux ».

L'importance de la polarisation est évidemment reliée à la façon dont le matériau (ici métallique) absorbe la radiation incidente. Le physicien écossais Sir David Brewster, contemporain des français Étienne-Louis Malus et Augustin-Jean Fresnel, découvre au début du XIX^e siècle que le phénomène de réflexion dépend à la fois de l'angle d'incidence et qu'il se comporte différemment suivant les deux composantes s et p de la lumière. Il découvre aussi que la lumière réfléchie peut changer de polarisation.

La Figure 2.7 indique que la réflectivité de certains métaux varie significativement en fonction de l'angle d'incidence et de l'état de polarisation. L'absorption énergétique en est donc affectée. Celle-ci est maximale pour une onde de polarisation p arrivant avec un angle proche de l'incidence rasante, c'est l'angle de Brewster.

Pour les matériaux transparents, et non conducteurs, la réflexion polarise partiellement la lumière parallèlement à la surface réfléchissante (polarisation s). La composante p de l'onde réfléchie est atténuée car partiellement transmise. L'angle de Brewster est égal à l'arc-tangente de l'indice de réfraction du milieu réflecteur sur l'indice du milieu d'incidence.

Cet angle permet de supprimer la réflexion d'une onde incidente sur un matériau transparent si celle-ci est polarisée p. Ainsi, toute l'onde est transmise. Quelle que soit la polarisation de l'onde incidente (linéaire, circulaire ou elliptique) la composante p du faisceau est toujours complètement transmise, tandis que la polarisation s est entièrement réfléchie. L'onde réfléchie est totalement polarisée s. L'angle entre le rayon réfracté et le rayon réfléchi est droit. [CUL43][BRE30]

Le cas des métaux est plus compliqué. Lorsqu'une onde polarisée rectilignement se réfléchit sur une surface métallique, la polarisation de l'onde réfléchie est elliptique. Mathématiquement, ceci provient de la forme complexe des indices de réfraction qui induit une forme complexe aux coefficients de réflexion. Alors que les deux composantes s et p sont initialement en phase, après réflexion les deux composantes subissent chacune un déphasage. Ces deux phases sont *a priori* différentes, donc la polarisation résultante est elliptique. En outre, aux longueurs d'onde considérées sur la Figure 2.7, la réflectivité ne s'annule plus, mais elle présente toujours un minimum. [CUL43][JAC09]

Les lasers à gaz utilisent typiquement une fenêtre orientée à l'angle de Brewster pour la sortie du faisceau laser. La fenêtre réfléchit la polarisation s dont le gain est réduit et laisse passer toute la polarisation p. En sortie de laser, le faisceau est polarisé p. Ceci explique notamment la polarisation du laser HeNe et du laser CO₂. Différents systèmes optiques peuvent alors être placés sur le chemin du laser pour en modifier encore sa polarisation. Généralement, le faisceau en sortie d'un laser Nd-YAG est polarisé aléatoirement.

La réflectivité de l'onde « sans polarisation », c'est-à-dire polarisée aléatoirement est la moyenne arithmétique de la réflectivité des deux polarisations s et p.

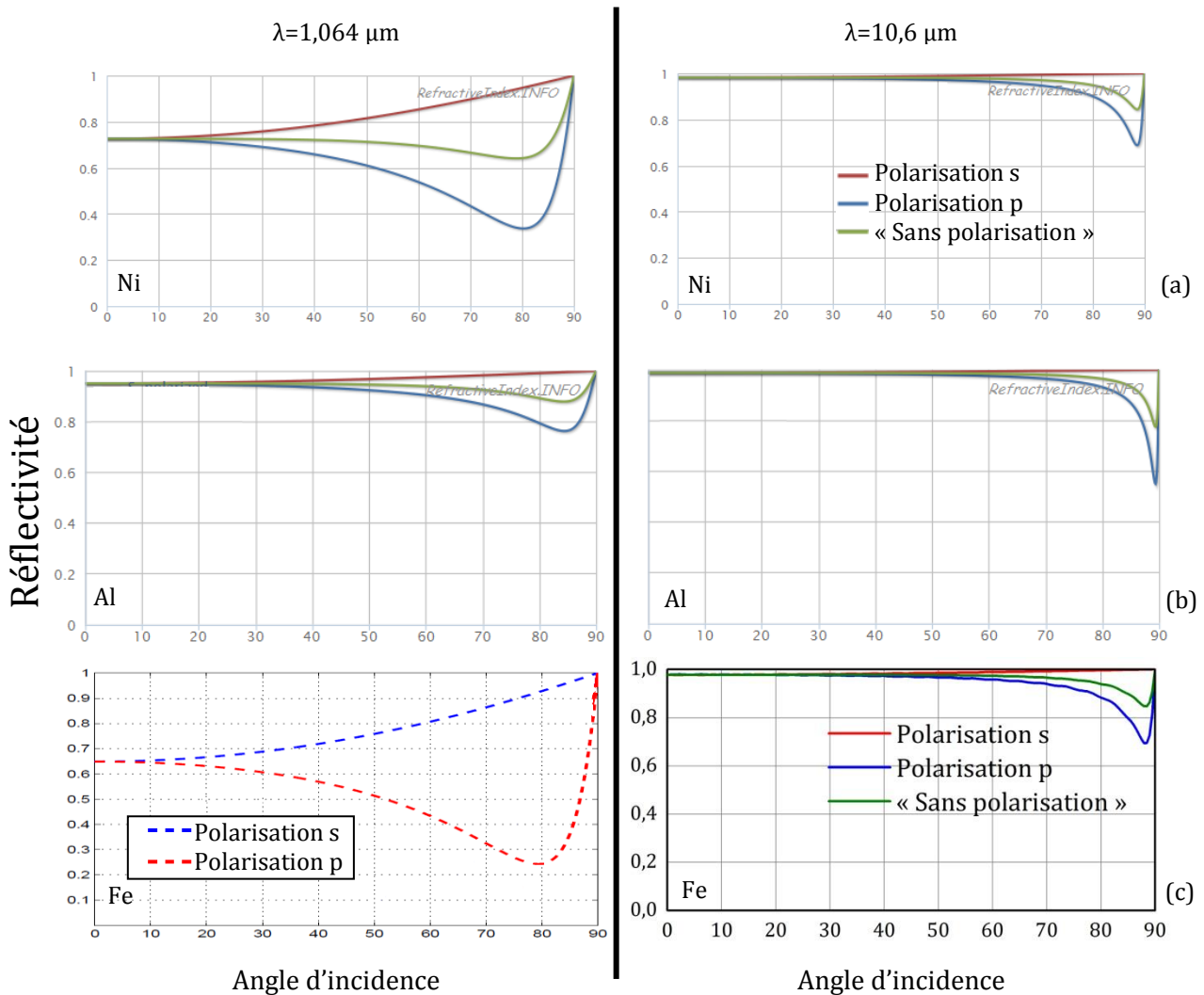


Figure 2.7 – Réflectivité en fonction de la polarisation et de l'angle d'incidence pour la longueur d'onde 1.064 μm à gauche (laser Nd-YAG) et à 10,6 μm à droite (laser CO₂) pour différents métaux purs : (a) nickel, (b) aluminium, (c) fer. [REF13][PAL98][HYD10][RAK95] et calcul de l'auteur.

L'effet principal de cette polarisation est observé lors de la découpe laser où l'angle d'incidence du faisceau peut atteindre 70° à 80° quand l'onde atteint les parois inclinées du canal en formation. Cet effet se manifeste alors dans le profil du canal (voir Figure 2.8) qui influence la qualité et le temps de la découpe. Du fait de la difficulté de contrôler que la direction de polarisation suive le plan d'incidence lors d'une modification de direction de découpe, un compromis est trouvé en polarisant circulairement le faisceau. Des calculs montrent que, pour la découpe laser, il est préférable d'utiliser un faisceau polarisé circulairement qu'un faisceau polarisé linéairement p pour un mode laser TEM₀₀ comme le montre la Figure 2.8. La polarisation radiale est la plus efficace pour la découpe lors de l'utilisation d'un laser en mode

TEM_{01^*} . Les résultats du calcul montrent clairement une différence dans les dimensions et la forme de la distribution d'énergie absorbée. [NIZ99][TW113]

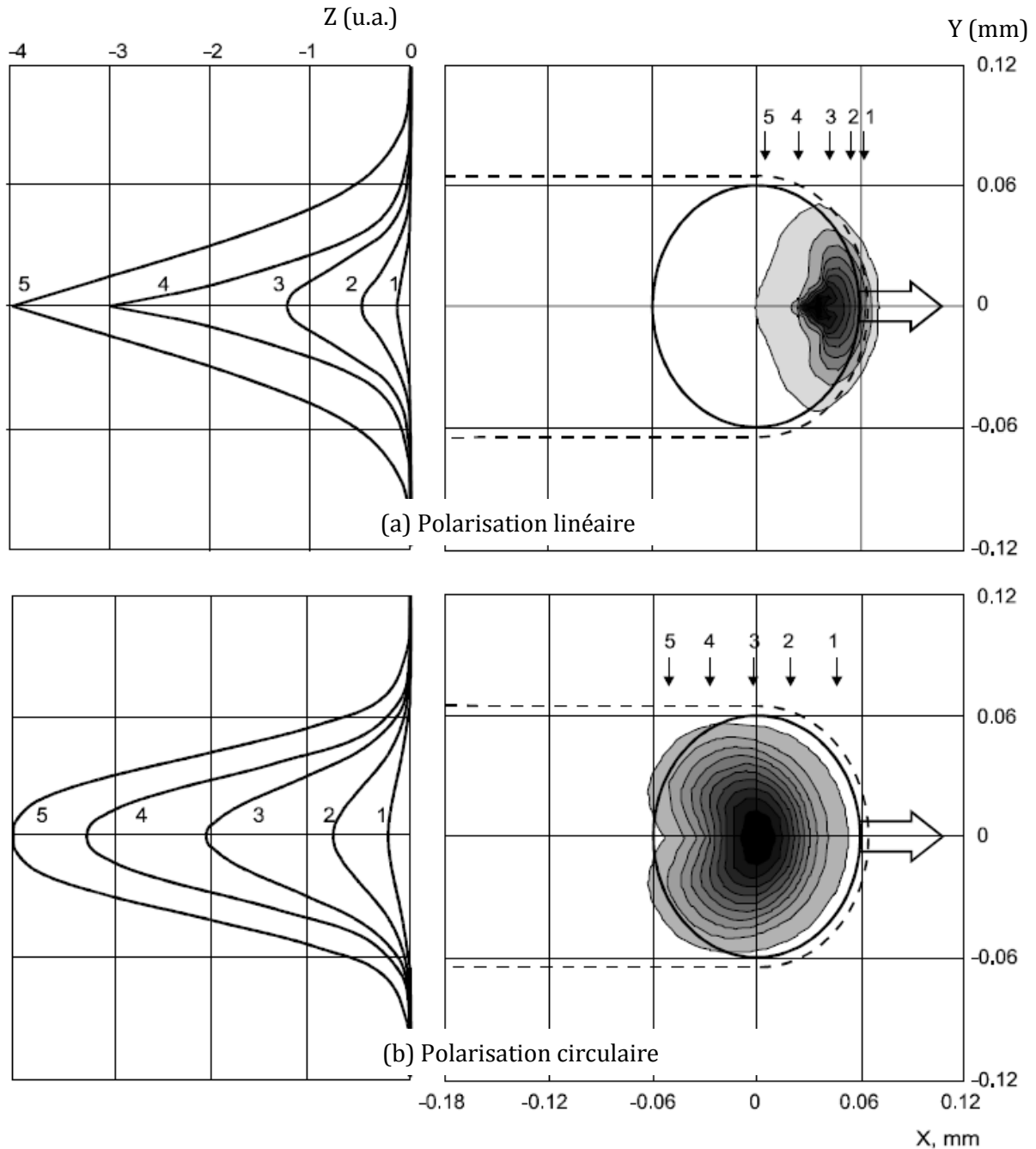


Figure 2.8 – Profil de coupe dans un plan perpendiculaire à la direction de coupe (à gauche) et distribution de l'absorption de la puissance laser sur la surface (à droite) pour une polarisation linéaire p et circulaire. Le cercle représente schématiquement l'empreinte laser, la flèche large représente la direction de déplacement du faisceau laser et la ligne discontinue donne le contour de la découpe. [NIZ99]

En ce qui concerne le soudage, l'effet de la polarisation peut apparaître nettement plus nuancé car l'angle d'incidence reste généralement très petit. Ce paramètre est d'ailleurs très peu étudié. Quelques études ont toutefois été menées. Garashchuk et coll. ont montré qu'une polarisation p pour l'acier permettait d'obtenir une largeur et une profondeur de cordon plus importante que pour une polarisation s avec un laser CO₂. Beyer et coll. ont trouvé que la surface en coupe, et donc l'énergie absorbée par le matériau était indépendante de la polarisation mais que la profondeur du cordon diminuait et que la largeur augmentait pour une polarisation s. Ils ont aussi observé que la différence apportée par la polarisation s ou p était insignifiante sous un

seuil de vitesse de soudure. Pour des vitesses supérieures à ce seuil, la polarisation p induit une pénétration plus importante. Sato et coll. ont observé que l'effet de la polarisation dépend grandement de l'intensité laser sur un alliage d'aluminium avec un laser CO₂. [GRÄ10][HO01][GAR86][BEY88][SAT96]

Toutes ces expériences ont été effectuées avec un laser CO₂ pour lequel même la valeur la plus faible de réflectivité est de 78,17%, dans le cas d'un faisceau polarisé aléatoirement, comme l'indique la Figure 2.7, à droite, en assimilant l'acier au fer et l'alliage d'aluminium au métal pur. En outre le comportement de chaque alliage est différent donc il est difficile de vraiment conclure avec ces résultats.

Enfin, aucune donnée n'a été trouvée dans la littérature concernant l'effet de la polarisation laser sur le soudage de superalliage à base nickel.

Dans le procédé de soudage laser classique, le faisceau laser bouge très peu de son incidence initiale, souvent proche de la normale à la surface du métal. Ainsi l'angle d'incidence est quasi nul et il est possible de concevoir que la polarisation a assez peu d'effet car la réflectivité des ondes s ou p est à peu près la même, nonobstant les travaux mentionnés quelques lignes plus haut.

Toutefois, lors du procédé SLM, la *surface* des poudres métalliques est autrement moins plane. La poudre est l'élément de surface qui va absorber (et réfléchir) la lumière. Ainsi un nombre conséquent de photons va arriver avec une incidence non nulle, celle-ci pouvant même être rasante. L'effet de la polarisation pourrait alors ne pas être négligeable.

2.2.1.3. Puissance et densité de puissance du laser

Par définition, la puissance du laser caractérise la quantité d'énergie existant au sein du faisceau par unité de temps. Plus la puissance est importante et plus l'énergie contenue dans le faisceau, pour un même intervalle de temps donné est importante.

Toutefois, la puissance n'est pas, dans l'absolu, une donnée pertinente. Comment un faisceau laser de 50 W peut-il fondre du métal tandis qu'une ampoule de 100 W n'y parvient pas ? Ce qu'il faut prendre en compte, c'est la répartition surfacique de cette puissance, qui est régie par ce qui est appelé le « profil du faisceau laser ». Il existe différentes formes de faisceau laser, dont la plus répandue et qui est utilisée ici est la forme gaussienne. Cela signifie que l'intensité lumineuse, ou la densité de puissance surfacique, est répartie spatialement selon une courbe de Gauss tridimensionnelle par rapport à l'axe optique.

En fait, l'amplitude du champ électrique d'un faisceau gaussien est une courbe de Gauss. Par définition, l'intensité est proportionnelle au carré de l'amplitude du champ électrique. Ainsi, l'intensité est proportionnelle au carré d'une gaussienne... qui est aussi une gaussienne. Donc, le profil d'intensité est gaussien. Une représentation graphique de l'évolution de ce profil pour quatre puissances est donnée sur la Figure 2.9. L'intégrale de cette courbe donne la puissance du faisceau laser.

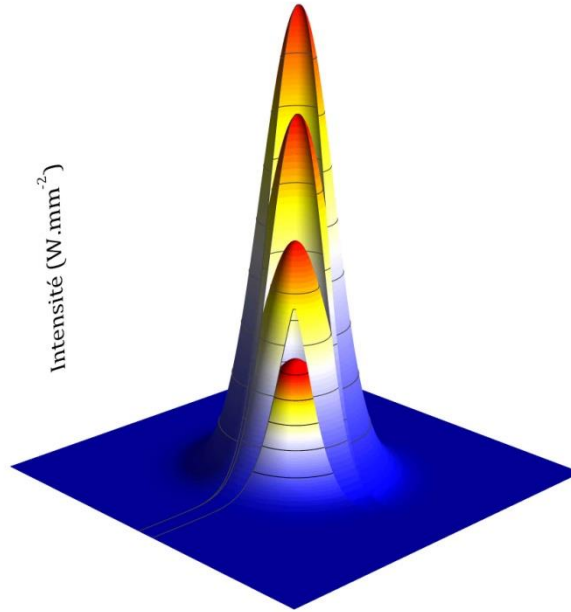


Figure 2.9 – Vue du profil gaussien, partiellement tronqué, permettant d’observer l’évolution tridimensionnelle avec la puissance. Un profil gaussien réel n’est toutefois pas aussi propre. Il présente généralement quelques irrégularités, notamment dans la partie haute du pic.

2.2.1.4. Vitesse de balayage

La vitesse de balayage décrit simplement, comme son nom l’indique, la vitesse avec laquelle l’empreinte du faisceau laser se déplace sur la surface du lit de poudre. Il se conçoit facilement que, pour une puissance donnée, une faible vitesse de balayage permet d’apporter une plus grande énergie qu’une vitesse importante. Il est possible de définir, à l’aide de ces deux grandeurs, c’est-à-dire la puissance P et la vitesse de balayage V , l’énergie linéique E_l telle que :

$$E_l = \frac{P}{V} \quad (2.5)$$

2.2.1.5. Empreinte du faisceau

Le faisceau laser, responsable de l’empreinte énergétique chargée de la fusion de la matière, provient initialement de la cavité laser. Il se propage alors dans une fibre optique ou tout autre dispositif, avant d’être collimaté puis réfléchi par des miroirs galvanométriques. Il passe enfin à travers la lentille de focalisation.

Il y a cinq besoins critiques pour tout système de balayage laser [FUR07]:

- Le faisceau doit être focalisé en un point suffisamment petit sur la surface de travail de façon à ce que la densité de puissance ou la résolution, voire les deux, soit suffisante à l’application.
- La taille de l’empreinte ne doit pas significativement changer pendant le balayage.
- Pour une augmentation de l’angle d’incidence à vitesse constante, la vitesse de balayage doit rester constante.
- L’angle d’incidence du faisceau par rapport à la surface de travail doit être approprié pour l’application.
- Les systèmes optiques doivent être adaptés à la longueur d’onde du faisceau laser.

La Figure 2.10 montre différents systèmes optiques qui permettent de focaliser un faisceau de lumière. La lentille simple achromatique ne convient pas pour une utilisation dans

une machine SLM, car le point focal varie sensiblement avec l'angle d'incidence. Le plan focal ne coïncide pas avec la surface de travail. Ce type de lentille ne peut être utilisé dans un système de balayage galvanométrique que pour des angles de balayage très faible, typiquement inférieurs à 2°.

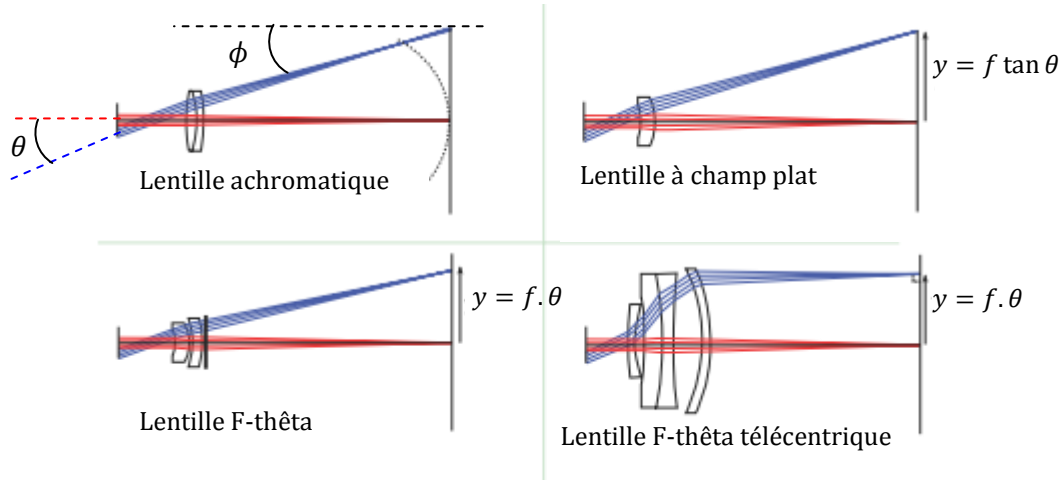


Figure 2.10 – Représentation des différentes lentilles de distance focale f . L'angle θ représente l'angle d'incidence du faisceau à l'entrée de la lentille. L'angle ϕ représente l'angle du faisceau en sortie de lentille, qui est aussi l'angle d'incidence du faisceau par rapport à la surface de travail. [FUR07]

La lentille à champ plat permet d'éviter l'écueil du plan de focalisation. Toutefois, comme le faisceau atteint la surface de travail avec un angle non nul, sauf pour l'incidence normale, l'empreinte du faisceau est allongée d'un facteur $1/\cos\phi$, où ϕ représente l'angle de sortie de la lentille. Dans la plupart des cas cela ne pose pas de problème car le changement sur la taille de l'empreinte et sur la densité de puissance est inférieur à 2% pour un angle de sortie de 10° et de 6% pour un angle de 20°. Le problème majeur réside dans le fait que la vitesse de balayage n'est pas linéaire avec l'angle d'incidence, mais est fonction de sa tangente. Pour une augmentation de l'angle d'incidence à vitesse constante, la vitesse de balayage accélère ce qui entre en contradiction avec le troisième besoin critique. Ainsi, l'électronique de balayage doit être conçue pour compenser ce défaut, ce qui peut être délicat pour certains systèmes de miroirs.

La lentille F-thêta a été conçue pour corriger ce problème de vitesse de balayage. Celle-ci est alors directement proportionnelle à la variation temporelle de l'angle d'incidence $\theta_y(t)$ par l'intermédiaire de la distance focale f de la lentille. La position de l'empreinte laser $y(t)$ est alors :

$$y(t) = f \theta_y(t) \quad (2.6)$$

La distance parcourue par l'empreinte laser est alors directement proportionnelle à l'angle d'incidence, ce qui simplifie le système électronique de balayage. Dans tous les autres aspects, cette lentille est similaire à la lentille à champ plat.

Pour les applications laser de balayage, telles que le marquage, le fait que le faisceau frappe la surface de travail avec un léger angle ne pose pas de problème particulier. Toutefois, la découpe et le perçage laser sont plus sensibles à cette particularité et la lentille télécentrique est plus appropriée. Le système complexe de lentilles est adapté de façon à produire un faisceau, en sortie de lentille, constamment perpendiculaire à la surface de travail, quel que soit l'angle d'entrée dans la lentille. Ces lentilles doivent donc être aussi larges que la zone de balayage. [FUR07]

La taille de l'empreinte du faisceau (*beam spot*) est définie comme la surface plane sous le profil gaussien dont la cote est égale au produit du maximum de cette gaussienne par le

facteur e^{-2} (voir Figure 2.11 (a)), ce qui correspond à 13,5% de l'intensité lumineuse maximum. Le diamètre de cette empreinte est théoriquement indépendant de la puissance totale car il ne dépend que de l'écart-type de la gaussienne, et est égal à son quadruple. La Figure 2.11 (b) montre que le diamètre de l'empreinte, selon sa définition mathématique, reste constant avec la puissance.

Cette définition donne la taille de l'empreinte sur le plan de focalisation. Si le plan de focalisation est situé au-dessus ou en dessous de la surface de travail, la taille de l'empreinte laser sur cette surface sera différente et la fluence en sera affectée.

Au niveau de la lentille, une petite distance focale permet de produire une empreinte de faisceau de petite taille, donc de concentrer plus l'énergie, mais la profondeur de champ est plus faible. C'est-à-dire que la focalisation varie rapidement avec la distance à la lentille. Il est donc nécessaire de contrôler précisément cette distance pour s'assurer que le point focal est toujours placé au bon endroit. À l'inverse, lorsque la distance focale est importante, l'empreinte du faisceau est plus large, mais la profondeur de champ est plus importante. La fluence varie moins avec la défocalisation.

La section droite d'un faisceau gaussien évolue depuis la source en passant par un minimum avant de diverger. Le rayon minimum ω_0 que fait la section droite, c'est-à-dire l'empreinte laser (à e^{-2}), est appelé *col* (*waist* en anglais). À partir de cette grandeur et de la longueur d'onde λ du rayonnement, il est possible de définir la portée de Rayleigh z_0 :

$$z_0 = \frac{\pi \omega_0^2}{\lambda} \quad (2.7)$$

La portée de Rayleigh est la distance depuis le col au bout de laquelle la taille du faisceau a augmenté d'un facteur $\sqrt{2}$ c'est-à-dire que la surface a doublé. Cette longueur est aussi appelée profondeur de champ. Pour une empreinte de 50 μm de diamètre d'un faisceau à 1,064 μm , le calcul de la portée de Rayleigh aboutit à 1,8 mm. Cela donne une idée de la distance sur laquelle le faisceau peut être considéré comme focalisé. La quantité double est le paramètre confocal.

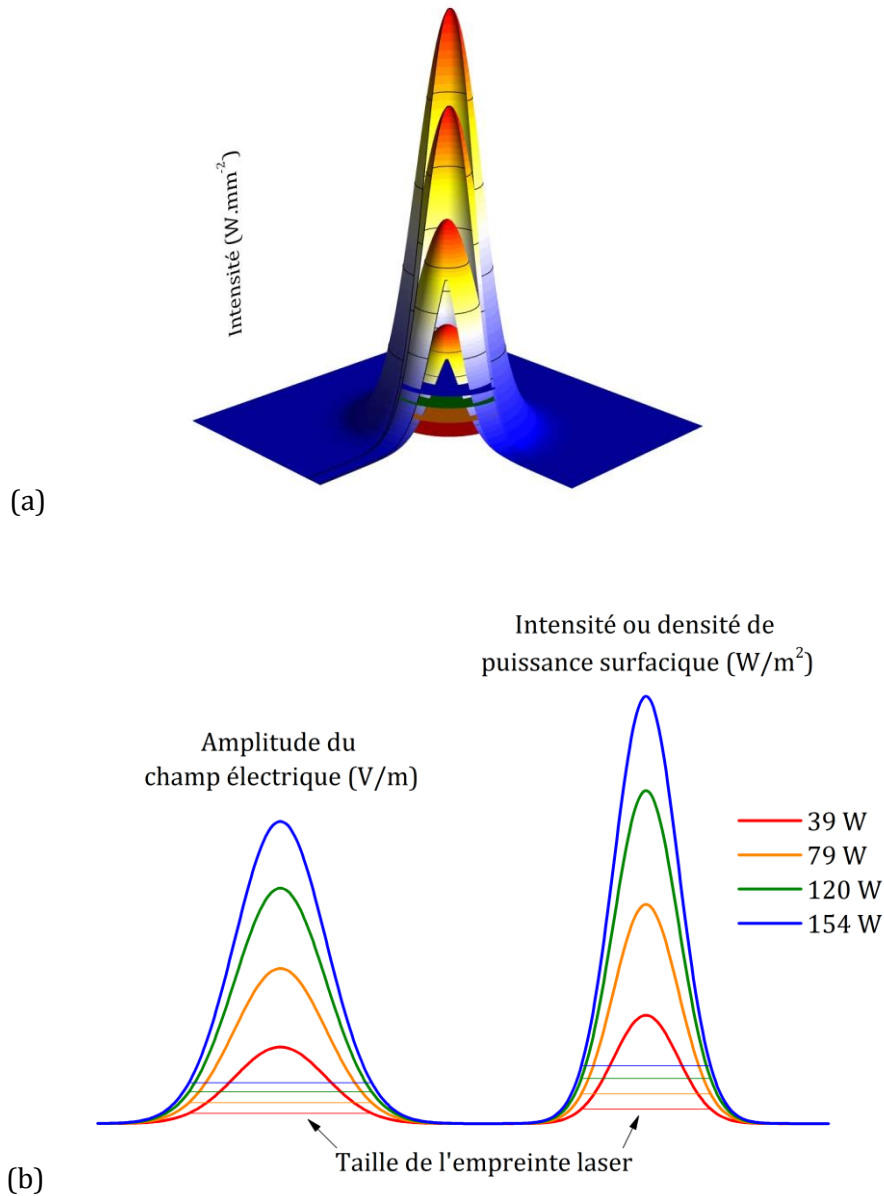


Figure 2.11 – (a) Illustration de l'empreinte du faisceau laser selon la définition mathématique pour quatre puissances. (b) Aperçus de l'amplitude du champ électrique et de son intensité pour quatre puissances. Les traits horizontaux continus représentent la largeur à e^{-2} de chaque faisceau.

2.2.1.6. Relation entre puissance, vitesse et taille d'empreinte

Pour une même surface d'empreinte, la densité de puissance par unité de temps, c'est-à-dire la densité d'énergie (ou fluence), augmente avec la puissance laser et diminue avec la vitesse de balayage ; la quantité d'énergie apportée sur une même zone augmente avec la puissance laser et diminue avec la vitesse de balayage. Dans le cas de l'irradiation sur un matériau massif, une partie de l'énergie est transmise par conduction. Le métal proche chauffe puis fond lorsque l'énergie emmagasinée est suffisante.

Les concepts de conduction et de densité de puissance font appel à une forte notion temporelle. Si l'énergie arrive trop lentement au matériau, celui-ci se contente de chauffer un peu, localement, puis transmet son énergie avant de refroidir. Même si la quantité d'énergie qui traverse le matériau est phénoménale, si celle-ci est apportée dans un temps très long, il n'y aura pas de fusion ! L'idée est donc d'apporter l'énergie suffisamment vite pour contrer, sans annihiler, la conduction. Cela se produit lorsque la vitesse de balayage est lente ou bien lorsque

la puissance augmente pour une même vitesse de balayage. Une plus grande quantité d'énergie est apportée plus vite au matériau qui n'a pas le temps de l'évacuer. Ce trop-plein d'énergie est absorbé par l'alliage qui chauffe puis fond de proche en proche jusqu'à ce que l'énergie apportée ne soit plus suffisante pour compenser la perte par conduction. Du reste, la partie liquide de l'alliage absorbe beaucoup plus efficacement le rayonnement et chauffe plus vite. Ainsi, la largeur de la zone de fusion augmente, de même que sa profondeur.

De ces considérations peut être tirée la notion de seuil de densité de puissance. Au-delà de ce seuil, l'alliage irradié fond. Il apparaît alors clairement, sur la [Figure 2.11 \(b\)](#), que, quel que soit le seuil, la dimension de l'empreinte atteignant celui-ci augmente avec la puissance. C'est-à-dire que l'empreinte physique du laser permettant la fusion augmente avec la puissance. Cette surface supplémentaire induit un apport d'énergie supplémentaire au matériau. Au raisonnement tenu en considérant l'empreinte laser constante, il faut ajouter ce dernier développement.

Dans le cas de l'irradiation d'un lit de poudre, le phénomène de conduction est généralement négligeable car la surface de contact entre particules est assez petite. Malgré tout, les particules qui chauffent irradient et transmettent aussi une partie (faible) de leur énergie aux particules voisines par rayonnement. Ce sont surtout les réflexions multiples ou les ondes diffusées qui transmettent l'énergie aux particules alentour.

2.2.1.7. Mode transverse du laser

Le profil de densité de puissance n'est en réalité pas nécessairement gaussien. Le profil dépend en fait du mode du laser. Il s'agit de modes transverses électromagnétiques (TEM). Ceux-ci présentent la particularité de n'avoir ni composante électrique, ni composante magnétique dans la direction de propagation du faisceau. Ces modes sont identifiés par deux nombres m et n lorsqu'un faisceau de mode TEM_{mn} se propage dans le résonateur (cavité résonante et miroirs associés). Quand la géométrie du résonateur est rectangulaire, m représente le nombre de demi-longueur d'ondes selon la largeur du guide et n représente le nombre de demi-longueur d'ondes selon sa hauteur. Pour les géométries de résonateur circulaire, m représente le nombre de demi-longueur selon la circonférence et n est le nombre de demi-longueur d'onde suivant le rayon. Dans certains lasers, la symétrie du milieu résonateur peut être limitée par l'existence d'élément polarisant en sortie de cavité et notamment par une fenêtre orientée à l'angle de Brewster. Pour de tels dispositifs, même si le milieu résonnant a une symétrie circulaire, les modes transverses seront à symétrie rectangulaire.

La forme gaussienne de la densité de puissance ainsi que la forme circulaire de la tache de l'empreinte laser traduisent simplement le mode d'ordre le plus bas, c'est-à-dire le mode TEM_{00} . Pour le perçage et le soudage il est préférable d'utiliser un laser dans son mode fondamental. Les cavités laser ont donc, en leur sein un diaphragme dont l'objectif est d'empêcher l'amplification des modes supérieurs. Un ajustement du diamètre du milieu amplificateur permet d'obtenir le même effet.

Le professeur Shaoul Ezekiel décrit les modes d'ordres supérieurs comme pouvant avoir deux ou trois taches ou bien ressembler à un *donut*, ou encore à une fleur. La [Figure 2.12](#) présente les taches de l'empreinte du laser pour différents modes, tandis que la [Figure 2.13](#) représente la densité de puissance associée. [\[EZE13\]](#)

Les valeurs m et n d'un mode peuvent être facilement déterminées en comptant le nombre de franges sombres traversant le motif de l'empreinte. Il est à noter que, quelle que soit la symétrie du milieu amplificateur, le mode fondamental reste le même. [\[GUP04\]](#)

Les équations permettant de déterminer la distribution de l'intensité des différents modes sont données dans l'annexe 2.

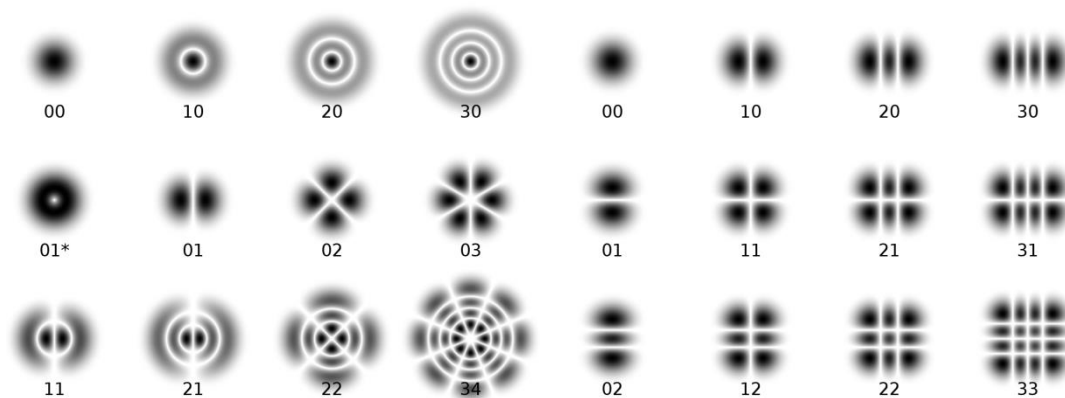


Figure 2.12 – Empreinte laser pour différents modes transverses.

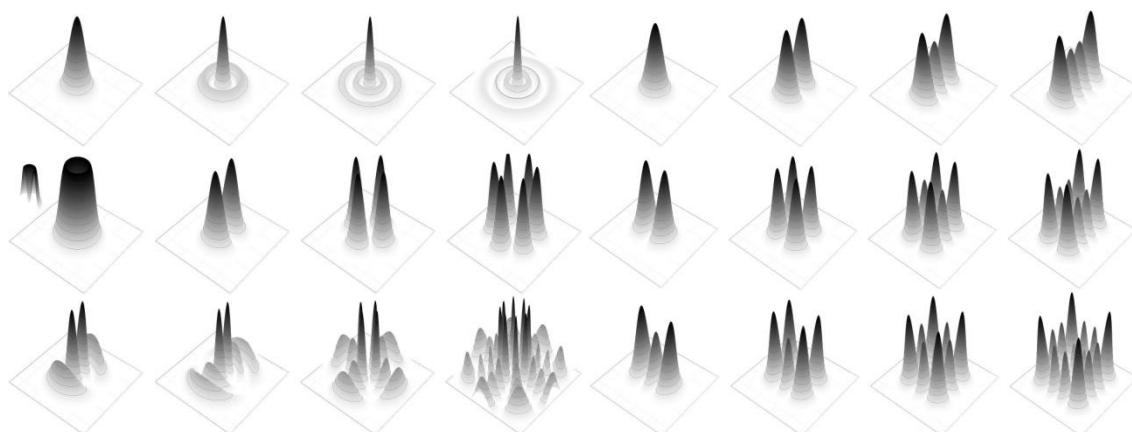


Figure 2.13 – Profil de la densité de puissance dont les empreintes sont représentées sur la Figure 2.12. Les modes représentés sont rigoureusement identiques et placés au même endroit. Un agrandissement de ces courbes est visible dans l'annexe 2.

Les modes transverses représentés sur la Figure 2.12 et la Figure 2.13 peuvent exister avec une polarisation linéaire. L'organisation de la polarisation au sein du faisceau est donnée sur la Figure 2.14. [GUP04]

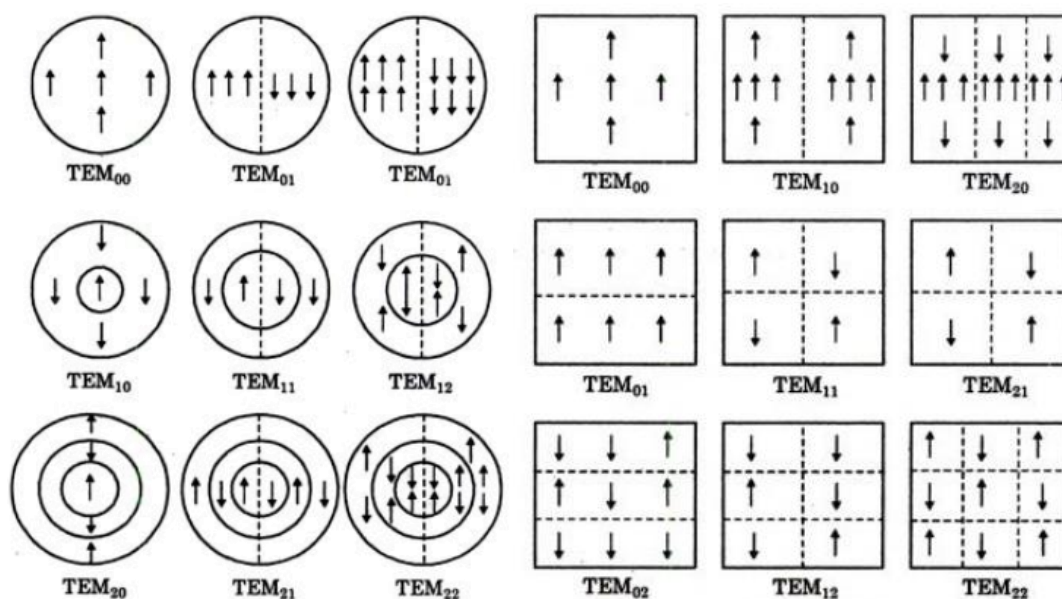


Figure 2.14 – Configuration de la polarisation linéaire pour différents modes. [GUP04]

En combinant deux modes du même ordre et polarisés orthogonalement, il est possible de produire d'autres configurations de polarisation, comme le montre la Figure 2.15 pour le mode TEM_{01} . Il apparaît les faisceaux polarisés radialement et azimuthalement, dont il a été fait mention dans le paragraphe précédent. [GUP04]

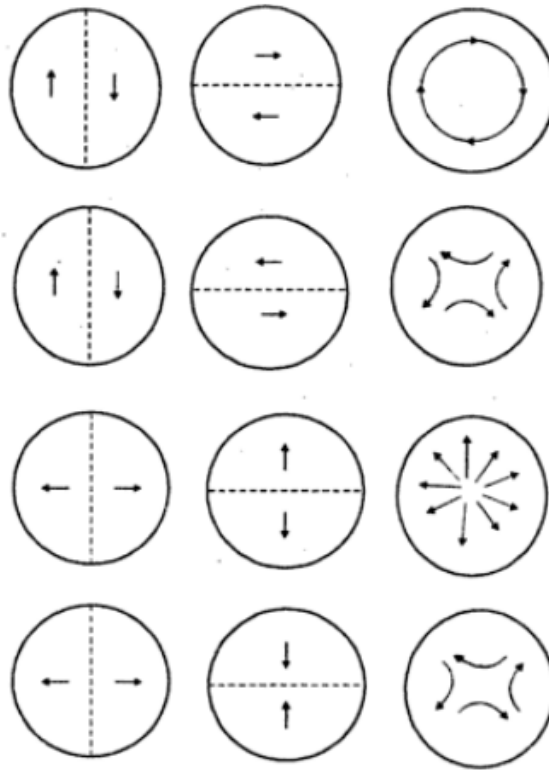


Figure 2.15 – Combinaison de deux polarisations orthogonales pour le mode TEM_{01} . Les deux premières colonnes indiquent la polarisation des deux faisceaux avant combinaison, et la dernière colonne représente le résultat. [GUP04]

À chaque mode transverse correspond une répartition énergétique propre. Pour une opération de soudage, par exemple, il serait possible d'utiliser cette répartition pour à la fois fondre localement la matière et chauffer les alentours, notamment dans le cas d'un mode cylindrique. Le chauffage s'opérerait sur les côtés du bain de fusion ainsi qu'en amont et en aval de son trajet. Cela permettrait de réduire les gradients thermiques temporels et spatiaux entre le ou les points chauds et les zones froides et peut-être améliorer la soudabilité de certains alliages.

Du fait de l'existence de plusieurs points chauds avec les modes transverse, il n'est pas à exclure que la dynamique des mouvements de convection dans le bain liquide s'en trouve modifiée.

Malheureusement il n'a pas été trouvé dans la littérature, d'expériences permettant de valider ces hypothèses.

Outre le profil gaussien, et sa multitude de modes transverse, le profil le plus répandu est le profil « chapeau haut de forme » ou « *top-hat* ». Il s'agit, idéalement, d'un profil purement cylindrique de section circulaire. La densité de puissance est constante, non nulle, sur toute la surface de l'empreinte laser et nulle partout ailleurs. Une coupe de ce profil selon l'axe de révolution donne une fonction porte. Ce type de profil permet d'éviter certains inconvénients du profil gaussien notamment pour des applications de perçage ou de découpe laser. Comme il l'a été vu, l'absorption de l'énergie laser est plus importante au niveau des parois des trous ou des canaux du fait de l'incidence. C'est malheureusement là où l'énergie apportée est la plus faible pour un faisceau gaussien. Un profil « *top-hat* » peut donc y montrer son intérêt. Dans le cas

d'opérations de soudage, l'utilisation d'un tel profil ne tend qu'à augmenter les gradients thermiques.

Enfin, il est intéressant de noter que les fréquences de rayonnement des modes transverses sont différentes pour tous les modes. Ces fréquences sont le résultat des modes longitudinaux et dépendent donc de la longueur de la cavité résonnante ainsi que de la courbure des miroirs. Du fait d'une multiplicité des fréquences des modes transverses, notamment lorsque ceux-ci ne sont pas tout à fait isolés et donc qu'il coexiste plusieurs modes, l'énergie pouvant être extraite de la cavité laser est beaucoup plus importante. [EZE13]

2.2.2. Paramètres du matériau

Le matériau de base du procédé de fusion sélective par laser se présente sous la forme de particules de poudre. Outre les paramètres intrinsèques du matériau utilisé et qui ne seront pas discutés ici, la poudre peut être caractérisée par sa forme, sa taille et sa distribution granulométrique ainsi que sa porosité. La coulabilité est une propriété importante pour le procédé, mais n'est qu'une conséquence de la forme, de la taille et de la nature du matériau.

2.2.2.1. La granulomorphie

La poudre peut revêtir différentes formes suivant son mode d'élaboration. Par exemple, une poudre fabriquée par attrition possède une forme de galet anguleux aux arrêtes non vives, résultat du cycle de fracture puis de collage des particules pendant le broyage, tandis que des poudres produites par atomisation ont plutôt une forme sphérique qui est le résultat de la tension de surface, d'un refroidissement rapide et d'une vitesse de chute lente. La forme des particules influence grandement leur capacité à s'écouler, c'est-à-dire à rouler sur une surface ou les unes sur les autres. Il est évident que des particules sphériques s'écouleront plus facilement que des particules anguleuses, prolates ou oblates. Ces notions seront développées au paragraphe 3.1 avec l'analyse de la poudre d'Inconel 625.

2.2.2.2. Le lit de poudre

Dans la mesure où le sujet d'étude et de l'irradiation laser est avant tout un lit de poudre, il est normal de s'interroger sur le comportement de celui-ci vis-à-vis du faisceau et surtout des différences de propriétés optiques qu'il peut présenter avec l'alliage massif. De manière générale, les propriétés optiques des poudres métalliques dont la taille est supérieure ou égale aux longueurs d'ondes visibles sont clairement différentes de celles de l'alliage massif. À cause de sa morphologie caractérisée par une surface rugueuse et une porosité importante, un lit de poudre apparaît comme un corps gris pour la radiation incidente. Le cuivre, par exemple, qui absorbe très peu dans l'infrarouge à l'état massif, présente une absorptivité supérieure d'au moins un ordre de grandeur, à l'état de lit de poudre. [GLA01]

Kruth et coll. [KRU03] signalent que l'absorption d'une poudre est généralement supérieure à celle du matériau massif. Ils attribuent cet effet aux réflexions multiples dont l'énergie finit par être totalement absorbée car elle est prisonnière du lit de poudre. Les résultats de Tolochko et coll. [TOL00] sur l'absorptivité du rayonnement *Nd-YAG* par une poudre de nickel allié à environ 14 % de chrome, ainsi qu'un peu de bore, silicium et carbone donnent une valeur de 64 %, qui est à comparer aux 27,4 % du nickel pur. Ces résultats expérimentaux sont obtenus à l'aide d'un dispositif à sphère intégrale. Reprenant l'ensemble des résultats de Tolochko et coll. et probablement leur conclusion, Kruth et coll. affirment que la taille des particules n'a qu'une faible influence sur l'absorptivité. De fait, les résultats de leur propre simulation semblent indiquer la même chose. Cette conclusion n'est plus valable dans le cas où la poudre est un mélange de deux matériaux différents de tailles de particules différentes.

Toutefois, cette absence de variation de l'absorptivité en fonction de la taille ne change pas le fait qu'une petite particule chauffera et fondra toujours plus vite qu'une grosse. Pour un même temps d'irradiation, la petite particule emmagasinerait plus d'énergie par unité de volume que la grosse, en particulier si elle se retrouve longtemps dans l'état liquide. Auquel cas, il lui serait possible de transférer une partie de cette énergie aux autres particules qui seraient à son contact, notamment les plus grosses pour accélérer leur fusion. Au final, les petites particules permettraient d'obtenir un meilleur rendement d'absorption pour un même temps d'irradiation. Ceci n'entre pas en contradiction avec la conclusion de Kruth et coll. Pour le procédé *SLS*, qui intéresse ces auteurs, il n'est généralement pas question d'aller jusqu'à la fusion du matériau, et la problématique est alors différente. Cela mène d'ailleurs à la question des conditions de détermination de l'absorptivité des particules de poudre par Tolochko et coll. notamment au niveau de la température atteinte par les particules pendant l'expérience. En effet, les données rapportées par Kruth et coll. ne sont pas associées à une température. Du reste, Streek et coll. signalent qu'aucune information sur l'épaisseur du lit de poudre, sa compacité, la forme des particules ou encore la distribution de taille n'est donnée par Tolochko et coll.

Le modèle mathématique d'absorption du lit de poudre développé par Gusarov et Kruth [GUS03] ne prend pas non plus en compte l'influence de l'augmentation de température.

Kruth et coll. écrivent :

Beaucoup de chercheurs simulent le procédé *SLS* par des modèles à éléments finis qui nécessitent de définir une source de chaleur, de postuler l'absorption de la poudre et la profondeur à laquelle l'absorption prend place. Ces modèles ont aussi besoin de supposer la conductivité thermique dans le lit de poudre qui est généralement très basse voire négligeable. Dans la plupart des modèles par éléments finis, la source de chaleur est supposée surfacique, négligeant alors la pénétration du faisceau laser dans le lit de poudre du fait de sa porosité. Une source d'énergie volumétrique a été utilisée dans différents modèles montrant que la profondeur de la source d'énergie dans le lit de poudre influence grandement la qualité de la simulation.

Ainsi, ces auteurs modélisent l'irradiation d'un lit de poudre par traçage de rayon (*ray tracing*) en calculant le trajet et la perte d'énergie d'une partie du faisceau incident après de nombreuses réflexions. Un tel modèle a permis d'aboutir à un certain nombre de conclusions intéressantes. La première, déjà mentionnée, est l'absorptivité plus importante de la poudre comparée à celle du matériau massif. La seconde est que le maximum d'absorption, ou pic d'absorption, du laser CO_2 par le lit de poudre est plus profond que pour le laser *Nd-YAG*. Toutefois, la meilleure absorptivité de la poudre pour la radiation *YAG* aboutit à une profondeur de frittage supérieure pour ce laser. Malheureusement il n'y a aucun commentaire sur la prise en compte, ou non, de la polarisation incidente et de la polarisation partielle à l'issue d'une réflexion. Il n'y a pas non plus de détail sur la prise en compte de la modification de la réflectivité, parfois importante, selon l'angle d'incidence et la température de la poudre. Il semblerait malgré tout que les résultats permettent de déterminer efficacement les plages de fonctionnement expérimentales pour différents matériaux avec les deux sources laser mentionnées.

Enfin, ils indiquent aussi que le modèle de calcul par éléments finis qui reprend le profil d'apport d'énergie du modèle par traçage de rayon ne change pas grandement la précision des résultats obtenus simplement par traçage de rayons. Ceci suggère que la conductivité thermique du lit de poudre est effectivement quasiment négligeable. Glardon et coll. [GLA01] rapportent que la conductivité thermique d'un lit de poudre est située un ordre de grandeur en dessous de celui du matériau massif avec, pour exemple, des poudres de nickel ou de titane de taille médiane de 20 μm ce qui donne une conductivité thermique d'environ 1,3 W/mK.

Streek et coll. [STR13] étudient aussi l'absorption d'un faisceau laser par un lit de poudre en utilisant la méthode de traçage de rayon.

Dans le modèle utilisé, le caractère ondulatoire de la lumière n'est pas pris en compte et donc les phénomènes de diffraction et d'interférence ne sont pas considérés. La diffusion de la

lumière n'est pas non plus prise en compte et, à ce titre, l'emploi du terme *scattering* dans l'article fait référence au phénomène de réflexion multiple. Enfin, la longueur d'onde du rayonnement n'apparaît pas comme un paramètre d'entrée. À la place, c'est le coefficient d'absorptivité de la poudre qui est directement utilisé comme paramètre d'entrée. Le lit de poudre est aussi défini par sa densité ainsi que la taille, unique, de ses particules de poudre. Enfin, ce dernier ne repose sur rien, c'est-à-dire que la réflectivité du matériau massif consolidé n'est pas prise en compte.

L'étude du procédé de micro-frittage qu'ils effectuent considère que la taille maximale des particules de poudre est de 10 μm et que la densité maximum du lit de poudre est de 35 %. Pour un lit de poudre compact à 35 %, dont les particules ont un diamètre de 5 μm et où l'absorptivité du lit de poudre est de 50 %, le modèle donne le même comportement pour toute épaisseur de lit de poudre comprise entre 40 μm et 60 μm . L'absorptivité du lit de poudre plafonne à 60 % tandis que le reste de l'énergie est complètement renvoyé au-dessus du lit de poudre. Dans les vingt premiers microns, l'absorption du faisceau est quasi-linéaire avec la profondeur jusqu'à 50 %. Dans ces conditions, une fraction négligeable de l'intensité lumineuse parvient à l'alliage massif sous le lit de poudre. Les résultats sont assez similaires pour le cas où l'absorptivité de la poudre n'est plus que de 10 %. Enfin, si la distribution énergétique avec la profondeur est détaillée, il n'en est rien pour la distribution spatiale dans le lit de poudre, c'est-à-dire sur l'élargissement de la zone d'absorption. Du fait des réflexions multiples, l'énergie se répartit sur une surface plus large que l'empreinte du faisceau, mais son étendue n'est pas caractérisée.

Encore une fois, aucune information concernant l'évolution de l'absorption avec la température, ou l'angle d'incidence, ou la polarisation n'est donnée.

Gusarov et Smurov [GUS10] développent aussi un modèle mathématique d'absorption de la lumière par un lit de poudre. Ils montrent que pour un lit de poudre d'épaisseur optique importante, l'absorptivité est une fonction universelle de l'absorptivité du matériau massif et est indépendante de la forme des particules de poudre et de la porosité.

Pour des conditions de lit de poudre (épaisseur : 50 μm , compacité : 40 % à 60 %, taille des particules : plusieurs dizaines de microns et diamètre de faisceau : 60 μm à 120 μm) très proches de celles observées dans le procédé *SLM*, leur modèle bidimensionnel de la distribution d'énergie indique qu'une réduction de l'empreinte du faisceau ne permettra pas d'augmenter la densité de puissance du fait du transfert latéral d'énergie dans le lit de poudre, en particulier pour les métaux particulièrement réflecteurs. En effet, le transport radial de l'énergie électromagnétique dû aux réflexions multiples peut significativement réduire l'apport d'énergie au niveau de l'axe optique.

Enfin, le chauffage du lit de poudre est plus uniforme avec des métaux plus réflecteurs, mais l'efficacité énergétique du traitement laser est réduite.

Il reste aussi la question de la diffusion de la lumière par ces particules dans le lit de poudre. La théorie de la diffusion de l'allemand Mie, développée dans l'annexe 1, et qui spécifierait une intensité diffusée importante dans la profondeur du lit de poudre, dans le cas de particules sphériques de taille supérieure à la longueur d'onde d'irradiation, ne peut en fait pas s'appliquer. En effet, cette théorie, ainsi que l'approximation faite par Rayleigh pour les particules de taille inférieures à la longueur d'onde irradiante ne s'applique que dans le cas où la particule est *isolée*. C'est-à-dire qu'il n'y a pas d'interaction possible entre différentes particules diffusantes. Ce n'est plus le cas dans un lit de poudre où les particules sont proches les unes des autres, voire tangentes. La notion de diffusion n'est d'ailleurs peut-être plus pertinente et doit se voir remplacée par celle de la réflexion. Et *quid* de la diffraction et des possibles interférences ?

Au final, l'interaction du faisceau laser avec le lit de poudre a été étudiée principalement dans le cadre du procédé de frittage sélectif par laser. Les mécanismes microscopiques d'absorption ne sont pas détaillés et les mécanismes macroscopiques restent obscurs. Les données recueillies peuvent donner des indications sur le comportement global du lit de poudre

sous certaines conditions mais restent difficilement exploitables compte tenu des conditions expérimentales et des conditions de simulation trop peu précises. L'interaction entre un faisceau laser et un lit de poudre est un sujet difficile qui nécessite encore quelques approfondissements pour obtenir une description véritablement statistique du phénomène. Par exemple, la prise en compte de la rétroaction positive de l'absorption avec la température est un élément important qui pourrait indiquer un comportement différent des réflexions multiples et donc de l'étalement énergétique au sein du lit de poudre. En outre, les effets ondulatoires de la lumière, comme la polarisation et la diffraction participeraient aussi à la statistique d'absorption du lit de poudre et à la modification de la densité énergétique.

2.3. ABSORPTION DE LA LUMIÈRE

2.3.1. Réflectivité des métaux dans l'infrarouge

Le comportement optique des métaux relève, dans un premier temps, de l'interaction électron-photon. La description du comportement électronique dans la matière est donnée par la physique du solide. Le modèle de Drude est le premier modèle à rendre compte de la conductivité des métaux. Il suppose que les électrons, qui forment un *gaz d'électron*, peuvent être soumis à une description classique, c'est-à-dire que la loi des vitesses des électrons obéit à la même statistique de Maxwell-Boltzmann que les atomes d'un gaz parfait dans la théorie cinétique des gaz. Un des succès de ce modèle concerne la détermination du bon ordre de grandeur de la conductivité électrique. Il permet aussi d'expliquer la transparence optique des métaux. Toutefois, il est mis en défaut par ses résultats sur la résistivité : il ne permet pas d'expliquer la raison pour laquelle certaines substances ne sont pas conductrices.

Le modèle de Sommerfeld remplace la distribution de Maxwell-Boltzmann par celle de Fermi-Dirac. Le caractère quantique de l'électron est alors pris en compte puisqu'il est maintenant considéré comme un fermion. En d'autres termes, le principe d'exclusion de Pauli est inclus dans ce modèle, lequel permet une description plus quantitative. Toutefois ce modèle ne permet toujours pas d'expliquer pourquoi certaines substances sont conductrices et d'autres sont isolantes.

Le modèle de Kroning-Penney, qui considère que l'électron est prisonnier d'un puits quantique de potentiel, périodique, induit par les atomes du réseau cristallin, permet d'aboutir à l'idée que l'énergie qu'un électron peut avoir se présente sous la forme de bandes permises et interdites. Les électrons ne sont alors plus tout à fait libres.

La distinction entre le comportement conducteur et le comportement isolant d'un matériau se fait par l'intermédiaire d'une grandeur appelée *niveau de Fermi* dérivant de l'*énergie de Fermi*. Cette énergie est définie pour des systèmes comprenant de nombreux fermions, en l'occurrence d'électrons, et correspond à l'énergie de l'état occupé de plus haute énergie à 0 K. À cette température, le niveau de Fermi est égal à l'énergie de Fermi. Lorsque la température augmente, l'énergie de l'état occupé de plus haute énergie croît, ainsi que le niveau de Fermi. Le niveau de Fermi est aussi fonction de l'environnement chimique, c'est-à-dire qu'il peut changer en cas de dopage ou de création d'une jonction. À une température donnée, si le niveau de Fermi appartient à une bande d'énergie permise, le matériau est conducteur. La bande d'énergie pleine la plus élevée est la *bande de valence*. Les électrons de cette bande permettent la cohésion locale des ions métalliques. La bande d'énergie juste au-dessus, partiellement vide, est appelée *bande de conduction*. Les électrons de la bande de valence, liés à un noyau, ont la possibilité de passer dans la bande de conduction et de se délocaliser auprès d'un autre noyau et transporte, par là même, une partie du courant. Si le niveau de Fermi appartient à une bande d'énergie interdite, alors les électrons de la bande de valence ne peuvent entrer dans la bande de conduction, qui reste vide, et les électrons restent liés à leur noyau. La largeur de la bande interdite est beaucoup trop importante pour que les électrons puissent l'atteindre naturellement, le matériau est isolant. Enfin, pour les semi-métaux, le niveau de Fermi appartient aussi à une bande interdite mais dont la largeur est suffisamment faible pour être franchie avec un peu d'aide. Pour le silicium, par exemple, l'énergie séparant le haut de la bande de valence du bas de la bande de conduction, ou *gap*, vaut 1,12 eV. Compte tenu du fait que l'énergie électronique à température ambiante est de 25 meV, l'électron seul ne pourra aller dans la bande de valence. Toutefois, soumis à une différence de potentiel, supérieure ou égale à 1 V, l'électron gagnera suffisamment d'énergie pour participer à la conduction. Il peut aussi gagner de l'énergie par un rayonnement électromagnétique incident de longueur d'onde inférieure à 1,1 μm , c'est-à-dire dans le proche infrarouge, le visible ou encore au-delà. C'est la *photo-conduction*.

Ceci étant dit, l'interaction électron-photon dans un métal est souvent simplement expliquée par le mouvement des électrons en tant que gaz d'électrons libres, car cette description suffit. Il n'est ainsi pas nécessaire de s'embarrasser des progrès apportés à la physique du solide depuis le modèle de Drude pour expliquer qualitativement la réflectivité des

métaux dans le visible ou l'infrarouge. Ainsi Steen [STE93] écrit, en considérant la lumière comme une onde :

Dans les métaux, la radiation électromagnétique est absorbée principalement par les électrons libres qui se présentent sous la forme d'un *gaz d'électrons*. Ces électrons sont libres d'osciller et de rayonner sans déranger la structure atomique du solide. Ainsi, la réflectivité des métaux est très importante depuis les radiations visibles jusqu'aux radiations de fréquence très basse. Lorsque le front d'onde arrive au niveau d'une surface, alors tous les électrons libres de la surface vibrent en phase, engendrant un champ électrique en opposition de phase avec le faisceau incident. La somme résultante de ces champs est un faisceau dont l'angle de réflexion est égal à l'angle d'incidence. Le gaz d'électron au sein de la structure métallique empêche la radiation de pénétrer d'une profondeur significative dans la matière. Seules une ou deux distances atomiques peuvent être atteintes. Les métaux sont ainsi opaques et apparaissent brillants.⁷

Et Milosevic de reprendre et compléter :

Le phénomène d'absorption de la lumière par les métaux [...] est essentiellement dû à la résistance électrique de celui-ci. Le champ électrique de l'onde incidente produit des courants électriques à la surface du métal. Ces courants, oscillant au rythme de l'onde incidente, engendrent l'onde réfléchie. Puisque les électrons d'un métal ne sont pas complètement libres du fait de la résistance électrique, l'intensité de l'onde réfléchie est légèrement inférieure à celle de l'onde incidente. L'onde réfléchie n'est pas vraiment réfléchie au même sens qu'une balle rebondit sur un mur. Le mécanisme est le suivant. Les courants électriques induits à la surface d'un métal par le champ électromagnétique incident oscillent à la même fréquence que l'onde incidente. Ces courants oscillants produisent de nouvelles ondes électromagnétiques. Il est facile de voir comment ce mécanisme produit une onde réfléchie qui obéit aux lois de la réflexion. À l'intérieur du métal, les deux ondes (incidente et réfléchie, ndt) interfèrent destructivement et empêchent ainsi la pénétration d'une onde électromagnétique. Ainsi donc, la conductivité électrique des métaux est responsable de leur forte réflectivité tandis que la résistance (qui est, par définition, l'inverse de la conductivité électrique) est responsable de l'absorption de la lumière par les métaux.⁸

Cette relation entre réflexion et conduction électrique n'est toutefois pas absolue. Le comportement du métal varie suivant la longueur d'onde incidente, c'est-à-dire suivant la fréquence à laquelle les électrons sont sommés de se mouvoir par les photons. Deux régimes sont alors distinguables dont le point d'inflexion est caractérisé par la *pulsation plasma* de l'électron dans le métal. Cette pulsation ω_p , décrite par le modèle de Drude, se calcule à l'aide de la charge élémentaire e , de la masse de l'électron m_e ainsi que de la permittivité diélectrique du vide ϵ_0 et de la densité électronique N_e :

$$\omega_p = \sqrt{\frac{N_e e^2}{m_e \epsilon_0}} \quad (2.8)$$

En utilisant des notions provenant de la théorie des bandes, Von Allmen développe cette idée de séparation du comportement optique des métaux par la pulsation plasma. : [VON87]

La réponse optique d'un métal est dominée par les électrons de conduction. Puisque le gaz d'électron est dégénéré, seuls les électrons proches du niveau de Fermi autrement appelés *électrons libres* contribuent aux propriétés optiques. Il n'y a pas de fréquence de résonance pour un électron libre et il n'interagit avec le réseau que par collisions. La fonction diélectrique d'un électron libre dans un métal [...] s'écrit⁹ (avec τ_e le temps de vol d'un électron entre deux collisions, ndt) :

⁷ Page 46.

⁸ Chapitre 12.

⁹ Il est à noter que le livre référencé possède une faute de frappe. La barre de fraction justifiant la façon dont l'équation est écrite, en particulier l'isolation du facteur « $(1 + \omega^2 \tau_e^2)$ » est manquante.

$$\varepsilon(\omega) = 1 + \omega_p^2 \frac{(-\tau_e^2 + i \frac{\tau_e}{\omega})}{(1 + \omega^2 \tau_e^2)} \quad (2.9)$$

[...] La fréquence plasma permet de séparer deux régimes de comportement optique différent : une réflectivité et un coefficient d'absorption importants pour $\omega < \omega_p$ et une réflectivité et un coefficient d'absorption faible pour $\omega > \omega_p$. Les propriétés optiques de l'électron libre, dans le cas où $\omega < \omega_p$ sont directement reliées à la conductivité électrique σ_0 . Le modèle de Drude permet d'écrire :

$$\sigma_0 = N_e e^2 \frac{\tau_e}{m_e} = \omega_p^2 \varepsilon_0 \tau_e \quad (2.10)$$

[...] Dans les métaux réels, le comportement des électrons libres est modifié par un certain nombre d'effets secondaires, notamment au niveau des transitions inter-bandes [...] et des électrons d . Ces électrons d ajoutent une contribution à la fonction diélectrique de type électrons liés. Puisque cette contribution est positive pour la partie réelle de la fonction diélectrique ε_1 , le point pour lequel $\varepsilon_1 = 0$ et qui définit ω_p est décalé à une fréquence plus basse.¹⁰

À partir de la fonction diélectrique complexe présentée plus haut, il est possible de déterminer l'indice de réfraction complexe¹¹, et le coefficient de réflexion¹². La Figure 2.16 montre la variation théorique de la réflectivité d'un métal, sous incidence normale, en fonction de la pulsation des photons incidents à partir de cette fonction diélectrique.

Le comportement réel de certains métaux est observable sur la Figure 2.4 qui présente un axe des abscisses inversé par rapport à la Figure 2.16 du fait de la relation inverse entre fréquence et longueur d'onde. La Figure 2.4 présente aussi l'illustration du décalage de la fréquence plasma vers les fréquences plus faibles pour Cu, Ag et Au par rapport à Al, du fait des électrons d présents dans ces métaux. Il peut être remarqué que la fréquence plasma de l'argent se déplace vers les plus courtes longueurs d'ondes par rapport au cuivre tandis que l'or revient à des longueurs d'onde plus importantes. Or, dans les trois cas, la configuration électronique de la bande de valence est identique, en $d^{10} s^1$, et la chute de réflectivité correspond à la transition $d-s$, par exemple $3d-4s$ dans le cas du cuivre. Cette transition explique la couleur de ces métaux. Toutefois, le cas de l'or est particulier car sa transition $d-s$ devrait se trouver à une longueur d'onde encore plus courte que celle de l'argent et donc être tout aussi *argenté*. L'or est un élément lourd, c'est-à-dire de numéro atomique élevé, et à ce titre, les effets relativistes sont importants. Il n'est plus possible d'ignorer la vitesse des électrons s par rapport à la vitesse de la lumière. Ainsi, la masse de ces électrons augmente et la taille de l'orbitale diminue ; elle se contracte autour du noyau. Cet effet tend à écranter un peu plus le noyau pour les électrons d et f et leurs orbitales se dilatent car elles sont moins liées au noyau. Au final, les électrons s sont stabilisés donc leur énergie est abaissée, au contraire des électrons p qui sont déstabilisés et donc d'énergie plus importante [HUH96]. Lorsque les effets relativistes entrent en jeu, le niveau énergétique des deux orbitales de valence d et s se rapproche et la transition électronique $d-s$

¹⁰ Page 15 et suivantes.

¹¹ L'indice de réfraction complexe $\tilde{n} = n + i\kappa$ peut aussi s'écrire $\tilde{n} = n - i\kappa$ en utilisant une autre convention dans laquelle κ correspond toujours à une perte d'énergie du point de vue de l'onde incidente. Ces deux conventions s'appuient chacune sur une définition précise des directions de propagation et de vibration de l'onde incidente, réfléchi et réfracté. Si la convention utilisée n'est pas précisée, et respectée jusqu'au bout, certaines conclusions peuvent être erronées, par exemple au niveau des déphasages. [PAL98]

¹² Dans l'ouvrage [VON87], l'indice de réfraction complexe n est défini par $\tilde{n} \equiv n_1 + i n_2$. Avec les notations utilisées précédemment, $n_1 = n$ et $n_2 = \kappa$. En outre, $Re(\varepsilon(\omega)) = \varepsilon_1 = n_1^2 - n_2^2$ et $Im(\varepsilon(\omega)) = \varepsilon_2 = 2n_1 n_2$. En connaissant les valeurs de ε_1 et ε_2 il est facile de remonter à \tilde{n} car $n_1^2 = \frac{1}{2}(|\varepsilon| + \varepsilon_1)$ et $n_2^2 = \frac{1}{2}(|\varepsilon| - \varepsilon_1)$. Finalement, la réflectivité est donnée, en fonction de \tilde{n} par $\left| \frac{\tilde{n}-1}{\tilde{n}+1} \right|^2$.

représente une énergie plus faible. Un rayonnement visible suffit à activer cette transition pour l'or qui ne renvoie donc pas tout le spectre visible.

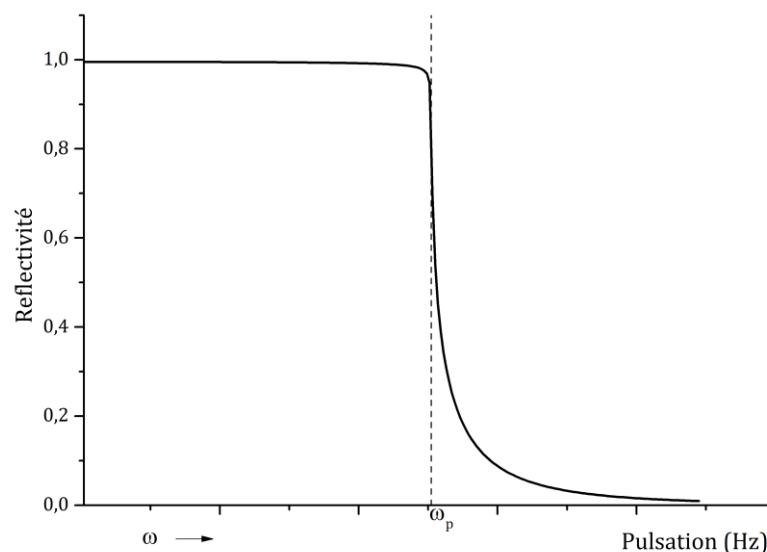


Figure 2.16 – Variation théorique de la réflectivité d'un métal, sous incidence normale, en fonction de la pulsation des photons incidents. Résultats du calcul pour lequel $\hbar\omega_p = 8,3$ eV, correspondant à une densité électronique de $5 \cdot 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ et $\hbar/\tau_e = 0,02$ eV. [VON87]

Enfin, il est intéressant de signaler que l'idée portée par le terme *réflexion*, et toujours opposé à *absorption*, véhicule une image quelque peu trompeuse du phénomène de réflexion. En effet, dans ce processus, les électrons sont mis en mouvement par l'absorption des photons incidents, comme le précisait Steen. L'onde incidente est donc absorbée ! Il y a une transformation d'énergie électromagnétique en énergie cinétique électronique. Les électrons en mouvement se relaxent, et rayonnent leur énergie. Il y a création de nouveaux photons. Finalement, l'existence de la *réflexion* (partielle) traduit l'*absorption* (partielle), de l'onde incidente par les électrons. L'onde réfléchie est une onde entièrement nouvelle. Pour les composés non métalliques, le phénomène de réflexion reste de la responsabilité des électrons par l'absorption d'une partie de l'onde électromagnétique.

Par opposition à la réflexion, l'*absorption* ne caractérise que la partie de l'onde incidente absorbée par le réseau. Ceci est vrai quelle que soit la matière rencontrée. Lorsque le réseau est incapable d'absorber les photons d'une certaine fréquence, ceux-ci sont transmis de proche en proche jusqu'à sortir de la matière. Cette dernière apparaît transparente, pour cette fréquence.

Ainsi, Feynman déclare :

En réalité, les photons ne rebondissent pas, comme je l'ai dit, sur la surface du verre ; ils interagissent avec les électrons qui se trouvent à l'intérieur du verre. Je vous montrerai comment les photons vont d'un électron à l'autre, et vous verrez alors que les phénomènes de réflexion et de transmission résultent d'un processus au cours duquel un électron s'empare d'un photon, hésite un peu et émet un nouveau photon.¹³

La réflexion partielle n'est finalement rien d'autre que la diffusion de la lumière par les électrons dans le verre.¹⁴

C'est cette hésitation lors de l'émission d'un nouveau photon qui engendre un délai, un retard dans la propagation de l'onde dans le milieu non vide. C'est pour cette raison que la vitesse de la lumière dans la matière est considérée comme inférieure à la vitesse de la lumière dans le vide,

¹³ Page 108.

¹⁴ Page 145.

bien que les photons se déplacent toujours avec la même célérité c . C'est aussi cette hésitation électronique, ionique, atomique ou moléculaire que caractérise, par définition, la partie réelle de l'indice de réfraction n .

Pour l'instant, l'échange d'énergie des photons avec les électrons n'a abouti qu'à la modification de la température électronique. L'agitation thermique des ions, c'est-à-dire la température du métal n'a pas subi de changement.

De fait il est très difficile de chauffer un métal avec un rayonnement infrarouge. Pour les semi-conducteurs, ou les isolants, le chauffage est beaucoup plus aisé car les photons sont beaucoup moins bloqués par les électrons ; ils peuvent interagir avec les vibrations quantiques du réseau, c'est-à-dire les phonons. Les photons étant transverses par nature, lorsqu'ils se propagent sur une grande distance, ils ne peuvent interagir qu'avec les phonons optiques transverses dont la fréquence propre de vibration est de l'ordre de 10^{13} Hz (30 μm). En d'autres termes, à proximité du réseau cristallin, les photons peuvent se transformer, au moins partiellement, en phonon afin d'augmenter la population d'un niveau d'énergie vibrationnel et, par voie de conséquence, augmenter l'énergie thermique.

Pour les métaux réels, la réflectivité infrarouge est rarement identiquement unitaire car les cristaux métalliques présentent toujours des impuretés. À leur voisinage, les électrons en mouvement subissent une perturbation particulière et peuvent transmettre leur énergie au réseau plutôt qu'au faisceau réfléchi. Dans un alliage, les éléments d'addition ont le même rôle que les impuretés ; ils modifient localement le champ électrique vu par les électrons et favorisent la transmission au réseau. En outre, l'existence d'une résistance électrique à température ambiante, même pour les matériaux purs, traduit un certain échange d'énergie avec les ions du réseau. Toutefois la littérature est assez peu éloquente quand au mécanisme nanoscopique qui permet exactement cet échange. La plupart des auteurs qui traitent de la question de l'« interaction lumière-matière » se bornent à une catégorie de rayonnement et se contentent de transformer le rayonnement en énergie thermique comme si, finalement, le lien était évident et allait de soi pour toutes les longueurs d'ondes. De fait, l'expérience montre une certaine relation de cause à effet, mais il semble que la théorie ait du mal à la justifier pour toutes les longueurs d'ondes, et en particulier dans le cas des métaux et du spectre ultraviolet-infrarouge, même si quelques pistes de recherches ont été données concernant l'infrarouge. Les infrarouges sont très majoritairement traités en interaction avec les semi-conducteurs.

2.3.2. Absorption des métaux dans l'ultraviolet

Pour les ultraviolets, c'est l'interaction avec des solutions organiques ou organométalliques, par l'intermédiaire de la spectroscopie UV-visible, qui est essentiellement étudié. Les mécanismes de chauffage de métaux par rayonnements visibles et ultraviolets semblent rarement abordés.

Il est toutefois assez clair que le rayonnement ultraviolet permet aux électrons d'effectuer des sauts au sein d'une même bande ou entre deux bandes d'énergie ; il peut aussi provoquer une ionisation d'un atome. Mais le réarrangement qui suit ne semble finalement qu'être un ballet électro-photonique, dans lequel le réseau ne semble rien avoir à faire. Au sujet de l'ionisation après irradiation γ , Lemaignan écrit [LEM04] :

Pour les métaux, la relaxation électronique est très rapide et des électrons de la bande de conduction viennent combler le défaut de charge local. Ceci se déroule en 10^{-15} seconde, durée courte devant les périodes de vibrations des atomes du réseau cristallin qui, eux, ont une fréquence propre de 10^{13} Hz. En dehors de la vibration de réseau (échauffement), l'effet des ionisations sur les métaux sera donc quasi inexistant ou très rarement significatif.¹⁵

¹⁵ Page 31.

L'ionisation permettrait donc de chauffer le matériau. Malheureusement le mécanisme n'est pas décrit. Pour comprendre la façon dont l'énergie ultraviolette est absorbée par les métaux, il semble qu'il faille d'abord étudier la question avec les rayons X et γ pour en déduire les mécanismes possibles avec des énergies plus faibles. Il est bien connu que ces rayonnements sont bien trop énergétiques pour interagir directement avec une collectivité de noyaux. La seule façon pour aboutir à une interaction avec le réseau est la perte de cette énergie par transformation du photon en plusieurs photons d'énergie plus basse, appartenant au domaine infrarouge. Ces photons pourront participer à l'augmentation de la population de phonons, c'est-à-dire au chauffage. Cette décroissance énergétique peut se produire par les mécanismes de diffusion inélastique, notamment par diffusion Raman lors de la création d'un phonon optique par effet Stokes ou par diffusion Brillouin lors de la création d'un phonon acoustique. La diffusion Compton est aussi un mécanisme de diffusion inélastique de la lumière dans lequel le photon va interagir avec un électron qui va prendre une partie de son énergie électromagnétique pour augmenter son énergie cinétique. Mais l'occurrence de ces phénomènes reste toutefois assez faible en ultraviolet, en particulier l'effet Compton. Cela n'exclut évidemment pas l'occurrence de diffusion élastique. Le rayonnement de freinage (*bremsstrahlung*) est aussi une bonne façon de transformer l'énergie électromagnétique incidente en énergie électromagnétique absorbable par le réseau. Dans cette configuration, un électron possédant une énergie cinétique non nulle due à l'absorption d'un photon préalable va voir sa direction de propagation se modifier en passant au voisinage d'un noyau ou d'un autre électron. Ce changement dans la direction de propagation induit une perte d'énergie cinétique par rayonnement. Le rayonnement de freinage se présente sous la forme d'un spectre de longueur d'onde continu dont le minimum correspond à la longueur d'onde de l'énergie incidente. Ainsi, une partie de ce rayonnement peut directement être absorbé par le réseau, et une autre partie sera absorbée par les électrons *libres* du métal dont l'énergie cinétique augmentera, pour être à nouveau perdue par rayonnement de freinage, etc. Il est supposé que c'est ce mécanisme qui intervient principalement dans le chauffage des métaux par les ultraviolets.

Certains auteurs se sont intéressés à la fusion de métaux par des lasers émettant dans l'ultraviolet, dans le cas de traitement de surface. Malheureusement les mécanismes d'interactions ne sont pas donnés et les résultats présentés ne permettent pas de déterminer l'efficacité énergétique de ces traitements. [MIL13][PAN98]

Ces résultats contredisent l'affirmation courante qui est que les métaux sont transparents aux ultraviolets. Il s'agit là d'un abus de langage. Les photons ultraviolets ne sont certes pas réfléchis mais ils n'en traversent pas pour autant les métaux massifs. La Figure 2.4 montre clairement que la profondeur de pénétration du rayonnement UV, entre 10 nm et 400 nm, excède rarement 1 μm . Même les rayons X plus énergétiques traversent difficilement la matière métallique.

À titre de comparaison, l'ordre de grandeur du coefficient d'extinction du verre dans le visible, entre 400 nm et 800 nm, est de 10^{-7} [KIT07] alors qu'il se situe entre 10^{-1} et 10^{-3} dans l'ultraviolet pour la plupart des métaux. Le coefficient d'absorption du verre est alors entre π et $\pi/2$ et les profondeurs auxquelles 86,5 % de l'énergie lumineuse est absorbée sont respectivement 32 cm et 64 cm. À 800 nm, il faut près de 3 m de verre pour arrêter 99 % de la lumière. Dans ces conditions, le verre est dit transparent.

2.3.3. Évolution de l'absorptivité avec la température

Steen [STE93] explique rapidement l'évolution de la réflectivité avec la température en écrivant :

À mesure que la température de la structure augmente, il y a un accroissement de la population de photon, ce qui induit un plus grand échange d'énergie électron-phonon. Ainsi, les électrons sont plus susceptibles d'interagir avec la structure que d'osciller et rayonner. Il y a alors une chute de la réflectivité et une augmentation de l'absorptivité lorsque la température augmente.¹⁶

L'augmentation de la température provoque donc une rétroaction positive avec l'aide des phonons. L'absorption d'énergie électromagnétique se fait d'autant plus facilement que le réseau en a déjà absorbé. Von Allmen complète :

La réflectivité R d'un métal massif décroît, en règle générale, avec la température car le temps de collision apparent électron-réseau décroît. De plus, les métaux chauds sont plus réactifs et des modifications irréversibles dans la réflectivité dues à des réactions chimiques peuvent apparaître, hormis dans des conditions de vide poussé. Les données expérimentales fiables quant à la réflectivité de métaux chauds sont rares, mais il est tout de même possible d'obtenir des informations pour le domaine infrarouge. L'absorption d'un métal peut être décomposée selon trois contributions, celle des électrons libres, celle des transitions inter-bandes et les effets de surface.

$$(1 - R) \cong (1 - R)^{el} + (1 - R)^{ti} + (1 - R)^{es} \quad (2.11)$$

Aucune règle générale ne peut être émise concernant la dépendance avec la température des deux derniers termes. Ils dépendent respectivement de la structure de bande ainsi que de l'état et la réactivité de la surface métallique. Cependant, il est possible de relier la dépendance en température des électrons libres avec la conductivité thermique σ_0 qui est généralement connue. En considérant la densité d'électron libre et la masse indépendante de la température, il peut être écrit :

$$\left[\frac{1 - R(T)}{1 - R(T_0)} \right]^{fe} = \begin{cases} \sqrt{\sigma_0(T_0)/\sigma_0(T)} \text{ pour } \omega \ll \frac{1}{\tau_e} \\ \sigma_0(T_0)/\sigma_0(T) \text{ pour } \omega \gg \frac{1}{\tau_e} \end{cases}$$

Au-delà de la température ambiante, la conductivité électrique d'un métal décroît, typiquement, de manière linéaire avec la température, ainsi que lorsqu'il est dans l'état liquide, pourvu que la température ne soit pas trop importante. À la fusion, la plupart des métaux montre une chute additionnelle de la conductivité. [...] En plus de la faible décroissance de la réflectivité prédite par la théorie des électrons-libres, une réduction plus drastique est observée dans la réflectivité apparente aux états fondu et évaporé. [...]

Il y a maintenant peu de doute quant au fait que la réduction de la réflectivité sous irradiation laser [...] provienne d'une ou des deux raisons suivantes : une déformation mécanique de la surface, rendue possible à irradiance modérée, ou des effets dus à la formation d'un plasma, ce qui nécessite une irradiance suffisante pour produire une évaporation massive de la matière.¹⁷

¹⁶ Page 47.

¹⁷ Page 39 et 40.

2.3.4. Informations complémentaires

L'un des premiers systèmes laser commercialement accessibles était le laser CO₂ irradiant à 10,6 µm. C'est donc naturellement qu'il fût l'un des plus employés pour le traitement des matériaux et en particulier des métaux qui ont, en grande majorité, une réflectivité proche de l'unité pour cette longueur d'onde. C'est notamment du fait de cette faible absorption que la puissance accessible par ces lasers a été continuellement accrue. Il était nécessaire de pouvoir souder, percer et découper toujours de plus en plus vite, avec un rendement énergétique toujours assez faible car plus de 90 % de l'énergie était perdue avant chauffage du matériau. Toute opération sur matière métallique, à l'aide d'un tel laser, pour un objectif industriel, est un non-sens physique et deviendra, à terme, un non-sens économique. Le laser Nd-YAG irradiant à 1,064 µm change un peu la donne pour certains éléments de transition comme le nickel, le chrome, le cobalt ou en encore le titane, mais pas pour l'aluminium, l'argent ou l'or. En SLM, l'utilisation de telles sources laser peut encore se justifier physiquement sur un certain nombre de matériaux, dans la mesure où la poudre absorbe le rayonnement de manière plus importante que le matériau massif.

Des sources de rayonnement laser dans le visible ou les ultraviolets seraient peut-être plus intéressantes à utiliser pour le traitement de ces métaux, afin d'éviter d'exciter principalement les électrons de conduction. Dans l'absolu les autres métaux sont aussi concernés.

Pour le traitement de matières organiques telles que les polymères, le laser CO₂ est particulièrement adapté car ces matériaux ont une bonne absorption dans l'infrarouge lointain. C'est le cas aussi pour les céramiques oxydes, mais pas pour les céramiques carbures qui absorbent mieux la radiation du YAG.

Les lasers à exciplexes beaucoup plus récents et plus couramment appelés laser à excimères, émettent dans l'ultraviolet. Ils reposent sur la réactivité des gaz neutres avec les gaz halogènes lorsque soumis à une excitation électrique. Dans ces conditions, il est possible de former des halogénures de gaz rares tels que ArF ou encore XeCl¹⁸.

Le rayonnement ultraviolet, beaucoup plus énergétique que le rayonnement infrarouge permet les sauts électroniques dans les atomes, même pour les électrons de cœur. Ces lasers autorisent une découpe *froide* dans les matériaux organiques. Si la fluence du laser pulsé est suffisante, celui-ci peut casser suffisamment de liaisons à la fois dans les molécules organiques. Le matériau disparaît, ou plus exactement les ions extraits se recombinent plus loin avec, ou non, les éléments présents dans l'atmosphère, laissant place à un trou dans le matériau sans que celui-ci n'ait chauffé. Une telle technique est fortement utilisée dans l'industrie micro-électronique. Cet avantage de découpe froide pour les matériaux organiques rend ces lasers particulièrement intéressants pour la médecine. [STE10]

Le fonctionnement actuel des lasers dans le traitement des matériaux se base sur une fusion thermique de la matière. C'est-à-dire que le solide se transforme en liquide sous l'effet de l'agitation thermique qui devient suffisamment intense pour rompre l'arrangement ordonné des atomes. Toutefois [ROU01] :

Si une population importante d'électrons, initialement liés aux atomes, est excitée brutalement par une brève impulsion laser dans la bande de conduction, des forces interatomiques répulsives apparaissent immédiatement et l'équilibre du système atomique est alors brutalement rompu. Sous l'action de ces forces, les scientifiques ont observé que la vitesse acquise par les atomes est telle qu'elle provoque la destruction de l'état solide en seulement quelques centaines de

¹⁸ Une molécule *excimère*, de la contraction anglaise *excited dimer*, est une molécule homonucléaire qui n'est stable que dans un état excité. L'état fondamental est dissociatif. Lorsqu'une telle molécule n'est plus homonucléaire, mais hétéronucléaire, cette molécule est appelée *exiplexe*. Les halogénures de gaz rares sont hétéronucléaires ; ce sont donc des exciplexes. Les dispositifs laser à excimères sont généralement mal nommés.

femtosecondes. Ce phénomène de « fusion non-thermique » se produit bien avant que les vibrations des atomes n'aient eu le temps de créer du désordre dans la structure par collisions successives avec leurs voisins.

Ces résultats, obtenus avec un flash de rayon X de 100 fs sur des cibles solides de silicium et de cuivre expliquent d'ailleurs assez bien le phénomène de découpe froide sur les matériaux organiques avec une longueur d'onde plus faible. Une telle technologie pourrait donner des résultats intéressants en soudage, dans la mesure où les atomes ne partiraient pas dans l'atmosphère après le pulse laser.

2.4. COMPOSITION DE LA MACHINE PHÉNIX PM100

La machine SLM utilisée dans cette étude est le modèle PM100 de la société française *Phénix Systems* qui a cédé, à l'été 2013, une majorité de ses actions à *3D System Europe Ltd*, filiale de *3D System (Corporation)*. *Phénix Systems* a pour origine des travaux à l'École nationale supérieure de céramique industrielle (ENSCI, Limoges, France) pour des applications de frittage de poudre céramiques.

La Figure 2.17 présente l'intérieur de la chambre de fabrication de la machine. Le cylindre de gauche presque complètement recouvert de poudre est le réservoir d'alimentation en poudre qui possède un mouvement vertical exclusivement ascendant pendant la construction. Le cylindre de droite est le piston de fabrication, qui devient solidaire du plateau par l'insert triangulaire, et dont le mouvement, uniquement vertical, est globalement descendant afin de pouvoir recevoir une nouvelle couche de poudre. La poudre est transférée du cylindre d'alimentation au cylindre de fabrication par l'intermédiaire du rouleau visible tout à gauche. Celui-ci est constitué de WC-Co pour limiter son usure. La lèvre du rouleau, orientée vers le bas dans cette position et donc non visible sur la figure, récupère une certaine quantité de poudre dans l'alimentation et l'étale à la fois sur la zone séparant les deux pistons et sur le cylindre de fabrication. Le surplus est recueilli dans le bac de récupération, à droite. Lorsque le plateau de fabrication est plan et bien parallèle à la surface balayée par le rouleau, l'épaisseur de la couche est considérée comme étant uniforme sur toute la surface du plateau.



Figure 2.17 – Photographie présentant l'intérieur de la chambre de fabrication de la machine Phénix PM100

À la suite du dépôt, il est possible de faire une étape de « compactage ». Celle-ci consiste à remonter légèrement le plateau de fabrication et à faire repasser le rouleau sur ce plateau. Cette étape se fait sans nouveau prélèvement de poudre dans l'alimentation. La seule poudre retirée est celle remontée par le piston de fabrication, dont l'objectif affiché est une compaction du lit de poudre pour éviter au maximum la présence de gaz. Il pourrait se retrouver piégé dans la pièce finale. Toutefois, l'augmentation de la compacité du lit de poudre par cette étape est difficilement mesurable et sa réelle efficacité n'a pas été démontrée. En tout cas, il est certain que le prélèvement d'une quantité plus importante de poudre en prévision d'un compactage augmente la consommation de poudre...

D'autres machines, SLM ou SLS, provenant d'autres constructeurs ont un système de dépôt différent. Le rouleau est remplacé par une brosse en fibre de carbone ou par un couteau.

Ces deux éléments ont une rigidité inférieure à celle du rouleau. Après fusion du lit de poudre, il peut apparaître à la surface de la pièce, localement, une surépaisseur. Lors du dépôt de la couche suivante, cette surépaisseur peut être suffisante pour rencontrer le rouleau. Si les défauts sont suffisamment peu nombreux et peu étendus, alors le rouleau les aplatira par frottement. Dans le cas contraire, le rouleau bloquera sur la construction et le procédé s'arrêtera. Associé au fait que les contours de la pièce ont toujours une hauteur supérieure au cœur, comme il sera vu au chapitre suivant, la rencontre entre la pièce et le rouleau peut être assez fréquente... Cette rencontre peut toutefois être limitée en choisissant convenablement les paramètres de mise en couche, c'est-à-dire les paramètres mécaniques responsables du dépôt de la poudre. C'est l'objet du paragraphe suivant.

Afin de protéger les particules de poudre de l'oxydation pendant la fabrication, l'enceinte se ferme de manière hermétique et un flux d'argon est introduit dans la chambre. Après une période de purge, le flux est maintenu constant pendant toute la durée du cycle. La purge a pour objectif de réduire rapidement la pression partielle d'oxygène dans la chambre, tandis que le flux la maintient basse, voire tend encore à la diminuer. La machine ne dispose pas d'un capteur interne permettant la mesure de la pression partielle d'oxygène pendant la fabrication mais le temps de purge est réglable. Un capteur a été utilisé pour étalonner la quantité d'oxygène en fonction du temps de purge. Pour la fabrication d'Inconel 625, il a été estimé qu'une purge de 33 minutes, correspondant à une quantité d'oxygène résiduelle de 5000 ppm, était suffisante pour pouvoir étudier le procédé sans souffrir d'une trop forte oxydation.

La machine est équipée d'un laser *IPG Photonics YLR-SM*. Il s'agit d'un laser *Nd-YAG* fibré fonctionnant à 1070 nm en mode « continu » et pompé par diode. La polarisation du faisceau est aléatoire et la puissance maximale est de 200 W.

Après vérification avec un analyseur de faisceau, il s'avère que le profil du laser est sensiblement gaussien ([Figure 2.18](#)), et possède la caractéristique mathématique de ce profil qui est la conservation du col du faisceau, c'est-à-dire la largeur à e^{-2} , quelle que soit la puissance. Le col du faisceau est égal à 70 μm . L'équation (2.7) permet de calculer la portée de Rayleigh, c'est-à-dire la profondeur de champ. Elle est évaluée à 3,6 mm.

Le laser solide *Nd-YAG* a été spécialement conçu pour fonctionner en régime pulsé, contrairement aux lasers à gaz comme le laser CO_2 . Le régime « continu » peut être favorisé en utilisant un dopage plus faible du grenat et en employant des lampes particulières pour le pompage optique. Les diodes laser restent tout de même les éléments les plus efficaces. Le fonctionnement « continu » d'un *Nd-YAG* est en fait un fonctionnement pulsé où la durée des pulses est supérieure à celle de l'intervalle entre pulses. Ainsi, Robert [\[ROB07\]](#) écrit :

On peut également les faire fonctionner de façon continue en les excitant par des lampes à émission continue. Ils génèrent alors des séries d'impulsions de 0,2 ms à des fréquences élevées (1 000 à 15 000 impulsions par seconde) qui augmentent l'interaction avec la matière.

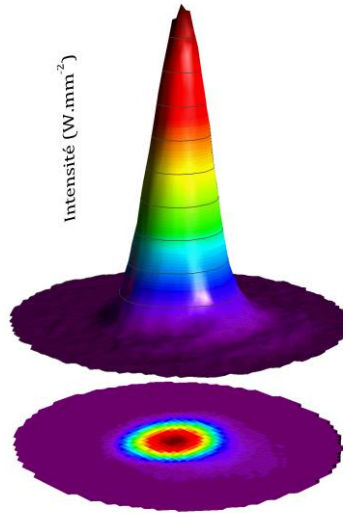


Figure 2.18 – Profil gaussien réel du laser, obtenu à l'aide d'un analyseur de faisceau.

Avant d'atteindre le lit de poudre, le laser transporté à l'aide d'une fibre optique monomode passe par une série de composants optiques pour être finalement focalisée à l'aide d'une lentille *Linor* F-thêta-Ronar de 420 mm de distance focale.

La stratégie de balayage de la surface du lit de poudre utilisée consiste en une série de lignes droites parallèles, toutes orientées avec le même sens de parcours. Entre chaque couche, la direction des droites de balayage et du sens de parcours effectuent une rotation de 90°. Ainsi, la couche $n+4$ possède une stratégie de balayage identique à celle de la couche n comme l'indique la Figure 2.19. La distance séparant chaque ligne droite est appelé *écart-vecteur*. Cette distance est réglable et influence fortement le taux de porosité de la construction.

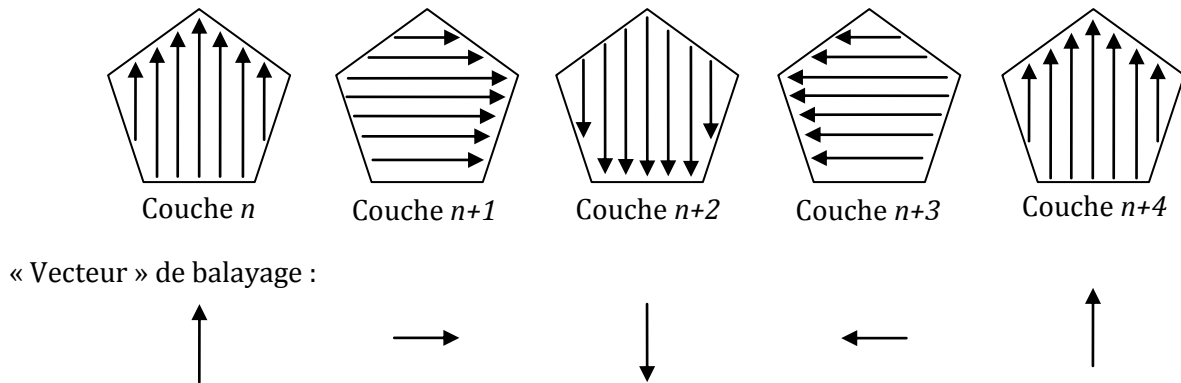


Figure 2.19 – Représentation schématique de la stratégie de balayage utilisée lors de la fabrication en Inconel 625.

2.5. MODÈLE GÉOMÉTRIQUE DU PROCÉDÉ DE FUSION SÉLECTIVE PAR LASER.

Afin de décrire le fonctionnement de la machine Phénix PM100 au niveau de la mise en couche, et son influence sur la hauteur de la construction, il est nécessaire de définir un certain nombre de paramètres.

- L'épaisseur de couche E : l'épaisseur des couches conditionne le temps de fabrication d'une pièce par l'intermédiaire du nombre de couches. Elle influence aussi la précision dimensionnelle comme il l'a été montré dans le chapitre 1. Pour tous les calculs effectués dans ce paragraphe, cette épaisseur sera prise égale 30 μm . C'est l'unique épaisseur de couche utilisée dans la suite.
- L'abaissement du piston de fabrication Δz : à chaque nouvelle couche, le piston de fabrication descend d'une certaine hauteur Δz afin de permettre au rouleau de déposer une nouvelle couche de poudre. Pour cela, il est nécessaire que le piston d'alimentation en poudre monte d'une certaine hauteur, strictement supérieure à Δz , afin que le piston de fabrication reçoive la bonne épaisseur de poudre sur toute sa surface, malgré les pertes engendrées lors de la mise en place du lit de poudre. La montée du piston d'alimentation n'est pas une donnée nécessaire au modèle car il sera supposé que le lit de poudre est mis en place de manière uniforme et sans variation sensible de compacité. Pour fixer l'ordre de grandeur, une montée du piston d'alimentation comprise entre 1,4 et 2,3 fois la descente du piston de fabrication est bien suffisante.
- Le taux de compaction τ : suite à la mise en place du lit de poudre, il est possible d'effectuer un second passage avec le rouleau. Dans ce cas, le piston de fabrication remonte légèrement d'une hauteur $\tau \Delta z$ puis le rouleau passe de nouveau sur le lit de poudre. À l'issue de cette opération, le lit de poudre a une épaisseur $\Delta z (1 - \tau)$ et est censé être plus compact.
- La compacité du lit de poudre ρ : la densité apparente du lit de poudre, ou sa compacité, est fonction de la forme des particules de poudre et de la distribution granulométrique. Un volume de poudre de distribution monomodale a une compacité qui varie typiquement entre 0,5 et 0,6 suivant si le volume est obtenu après versement de la poudre ou tassement par vibrations. La compacité du lit de poudre est difficile à évaluer précisément, que ce soit avant ou après compaction, mais elle reste comprise entre 0,5 et 0,6.
- La remontée du piston de fabrication Δr : à l'issue de la consolidation d'une couche, le piston de fabrication remonte d'une grandeur Δr qui permet de respecter la consigne de hauteur de couche E . Ainsi :

$$E = \Delta z (1 - \tau) - \Delta r \quad (2.12)$$

Les étapes successives de mise en couche de la machine, représentées sur la Figure 2.20 sont les suivantes :

- Le piston de fabrication descend d'une certaine hauteur Δz choisie et fixe pendant toute la construction. (étape 1→2)
- Le piston d'alimentation monte d'une hauteur supérieure à Δz afin de permettre un remplissage adéquat du piston de fabrication (non représentée sur la Figure 2.20).
- Le rouleau étale la poudre du piston d'alimentation vers le piston de fabrication. La hauteur de poudre présent dans celui-ci est donc égale à Δz . (étape 2→3)
- Le cas échéant, le lit de poudre est compacté. Le piston de fabrication monte de $\tau \Delta z$ (étape 3→4). Le rouleau passe sur le lit de poudre (étape 4→5) dont la compacité est maintenant ρ et la hauteur est égale à $\Delta z (1 - \tau)$.
- Le laser balaye la surface et fond localement la poudre. Il se forme alors un bain liquide qui refroidit rapidement pour former un élément massif dont la hauteur est H . (étape 5→6)
- Le piston de fabrication remonte ensuite de Δr . (étape 6→7)

- Le cycle recommence avec une nouvelle descente de Δz du piston de fabrication. (étape 7→8)

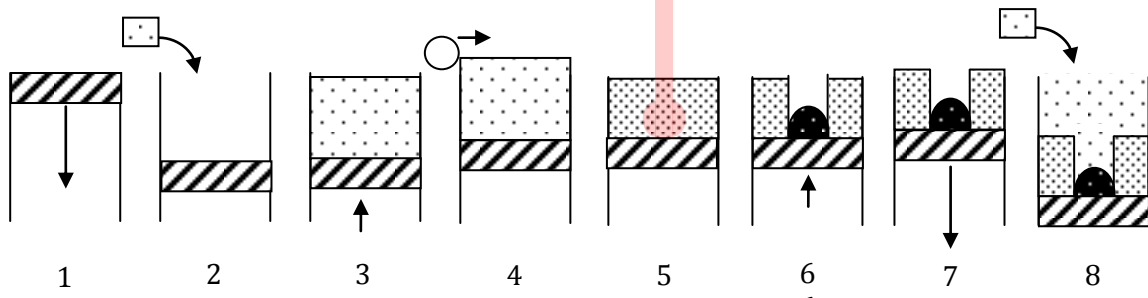


Figure 2.20 – Représentation schématique des différentes étapes du système de construction lors de la consolidation d'une couche du procédé SLM vue du piston de fabrication.

Il est alors possible de mettre en équation le fonctionnement de la machine. L'objectif n'est pas de déterminer la hauteur théorique du cordon pour chaque couche et de la comparer à l'expérience, mais plutôt d'observer l'effet mécanique que peut avoir la stratégie de mise en couche sur cette hauteur. Dans un premier temps, le front de solidification sera considéré comme plat.

2.5.1. Modèle à front plan

La hauteur du premier cordon consolidé H_1 est calculée telle que la totalité du volume de poudre sur la hauteur à irradier a fondu. En appelant L^{19} la largeur d'interaction du faisceau laser avec le lit de poudre, la conservation de la surface (projection du volume sur un plan) s'écrit : $L \rho \Delta z (1 - \tau)$ avant fusion et $H_1 L$ après fusion. Il vient alors : $H_1 = \rho \Delta z (1 - \tau)$

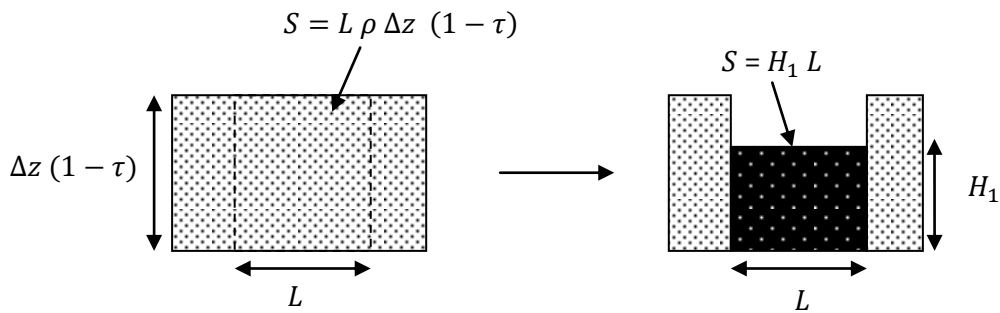


Figure 2.21 – Représentation schématique de la consolidation de la première couche du modèle à front plat.

Pour la deuxième couche, la hauteur minimale à irradier H_{f2} est la différence entre la descente totale du piston et la hauteur de la couche précédemment consolidée. Il vient alors :

$$H_{f2} = 2 \Delta z (1 - \tau) - \Delta r - H_1 \quad (2.13)$$

Le calcul de la hauteur apparente se fait toujours par conservation de la quantité de matière, par l'intermédiaire de l'égalisation du volume de matière avant et après irradiation pour le calcul de la nouvelle couche. Pour la hauteur totale, il faut tenir compte de la hauteur précédemment consolidée. Il vient :

¹⁹ La largeur d'interaction du faisceau laser est difficilement mesurable précisément. Par simplicité, on l'assimile souvent à la largeur du cordon consolidé. Dans le modèle développé ici, il n'est pas nécessaire de connaître cette grandeur car elle disparaît dans les équations ; elle est en facteur commun des deux côtés des différentes égalités de surfaces. Par exemple, dans le cas de la Figure 2.21 : $L \rho \Delta z (1 - \tau) = H_1 L$.

$$H_2 = \rho H_{f2} + H_1 = H_1 (1 - \rho) + \rho [2 \Delta z (1 - \tau) - \Delta r] \quad (2.14)$$

En remplaçant H_{fn} par son expression en fonction de $n, \Delta z, \Delta r, \tau$ et H_{n-1} :

$$\begin{cases} H_{f1} = \Delta z (1 - \tau) \\ \forall n \geq 2, & H_{fn} = n \Delta z (1 - \tau) - (n - 1) \Delta r - H_{n-1} \end{cases} \quad (2.15)$$

La hauteur consolidée peut être calculée par récurrence pour toute couche n :

$$\begin{aligned} H_1^{plat} &= \rho \Delta z (1 - \tau) \\ \forall n \geq 2, & H_n^{plat} = H_{n-1} (1 - \rho) + \rho [n \Delta z (1 - \tau) - (n - 1) \Delta r] \end{aligned} \quad (2.16)$$

Ce calcul peut aussi se faire de manière directe, sans avoir recours à la récurrence :

$$\begin{cases} H_1^{plat} = \rho \Delta z (1 - \tau) \\ \forall n \geq 2, & H_n = H_1^{plat} (1 - \rho)^{n-1} + \rho \sum_{k=1}^{n-1} (1 - \rho)^{n-1-k} [(k + 1) \Delta z (1 - \tau) - k \Delta r] \end{cases} \quad (2.17)$$

La Figure 2.22 indique pour les quinze premières couches le résultat du calcul de la hauteur nouvellement consolidée et de la hauteur à fondre pour différentes valeurs de ρ , de τ et de Δz . Le premier graphe, qui montre l'évolution de la hauteur rajoutée à chaque nouvelle couche indique clairement que quels que soient les paramètres utilisés pour le calcul, cette hauteur converge vers $E = 30 \mu\text{m}$. La convergence ne s'effectue toutefois pas à la même vitesse suivant la compacité du lit de poudre. Plus le lit de poudre est compact, plus tôt les couches construites ont effectivement une hauteur de $30 \mu\text{m}$. Après 8 couches, la convergence a été atteinte pour tous les cas représentés et le procédé peut alors être considéré comme stable. Le graphique de droite est à regarder en parallèle de celui de gauche. Il représente la hauteur qu'il faut fondre à chaque nouvelle couche pour la consolider. Cette hauteur apparaît comme dépendante de la compacité du lit de poudre car, bien que la convergence soit aussi assurée au bout de 8 couches, la valeur asymptotique n'est pas identique pour chaque cas de compacité différente. Si la compacité est de 50%, la hauteur à fondre est asymptotiquement égale à $60 \mu\text{m}$ soit $E/0,5$ et si la compacité est égale à 60%, la hauteur à fondre est asymptotiquement égale à $50 \mu\text{m}$ soit $E/0,6$.

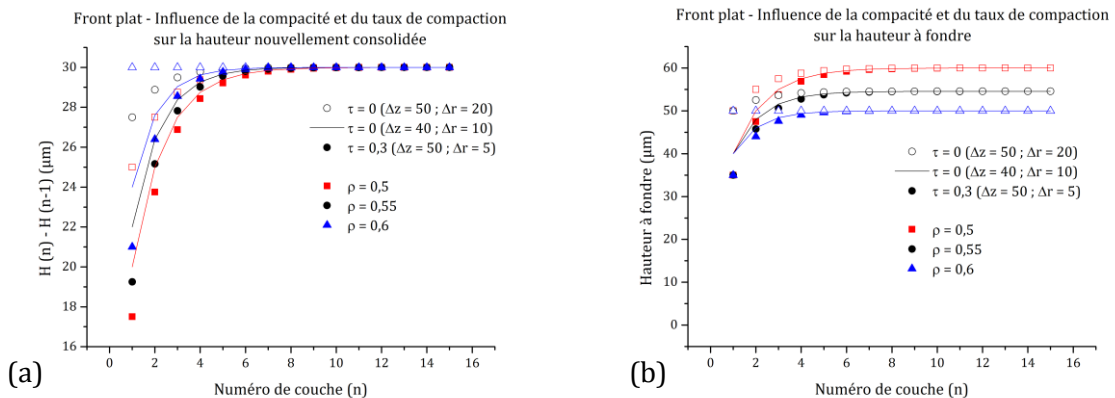


Figure 2.22 – Représentation graphique de l'influence de la compacité et du taux de compaction pour les premières couches sur (a) la hauteur consolidée à chaque nouvelle couche, (b) la hauteur à fondre.

Ces résultats ont déjà été obtenus par Vilaro [VIL11] à l'aide d'un modèle phénoménologique de consolidation développé différemment. Bien qu'elle ne soit pas formulée explicitement, l'une des hypothèses de son calcul est que le front du cordon est plan, même si les figures illustrant les calculs montrent des cordons de forme arrondie.

Afin de pouvoir aller plus loin, et d'observer l'effet mécanique de la stratégie de mise en couche sur la hauteur consolidée, il faut prendre en compte la forme du cordon consolidé. Dans un premier temps, il sera considéré que le front du cordon revêt une forme elliptique.

2.5.2. Modèle à front elliptique

En supposant maintenant le front de solidification non plus plat mais elliptique le calcul de la hauteur de la première couche donne : $H_1^{elliptique} = \frac{4}{\pi} \rho \Delta z (1 - \tau)$

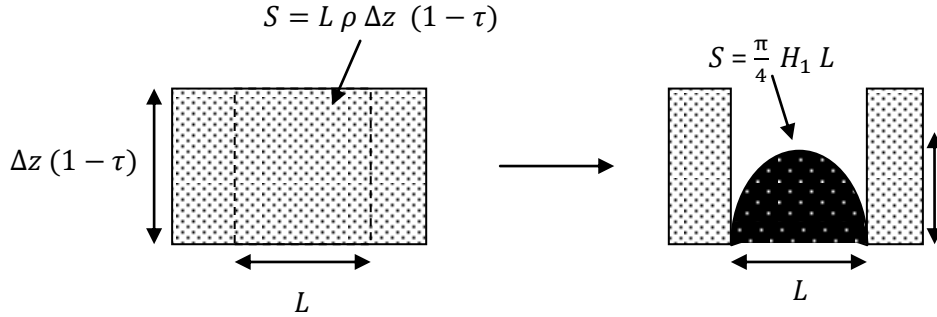


Figure 2.23 – Représentation schématique de la consolidation de la première couche du modèle à front elliptique.

Pour les couches suivantes, deux cas seront considérés. Le premier cas suppose qu'à chaque nouvelle couche, le petit axe de l'ellipse coïncide toujours avec la base du piston. Ainsi, l'espace entre le front elliptique du cordon et le lit de poudre non solidifié contigu n'est pas rempli lors de la consolidation d'une nouvelle couche. C'est le modèle « sans remplissage » (ssr).

Le second cas suppose, au contraire, qu'à chaque nouvelle couche, les côtés du front elliptique sont entièrement comblés. Ce modèle, avec remplissage (avr), implique que la hauteur apparente du cordon précédemment consolidé désigne la base de la nouvelle ellipse. Toute poudre située en dessous de cette hauteur est fondue et dense. La première couche est identique pour les deux cas.



Figure 2.24 – Représentation schématique des deux modèles elliptiques utilisés.

Il est important de noter que la grandeur qui est calculée dans ces deux modèles est la hauteur maximale du front de densification, comme l'indique la hauteur $H_1^{elliptique}$ calculée juste précédemment. Il est clair qu'aucun de ces deux modèles n'est réaliste mais ils permettent de borner la hauteur maximale *réelle* de la construction. Il est possible de définir le taux de remplissage x , tel que $H_n^{elliptique} = x H_n^{avr} + (1 - x) H_n^{ssr}$. Cette définition ne permet aucunement de prendre en compte l'évolution de la forme du cordon de part et d'autre du maximum ! Elle permet uniquement d'estimer ce maximum. Ainsi, la géométrie purement elliptique prise comme hypothèse de calcul, ne s'applique pas sur les bords ; les tangentes à la géométrie dans cette zone ne sont donc pas obligatoirement verticales.

Pour le cas sans remplissage, il est possible de dessiner la Figure 2.25 :

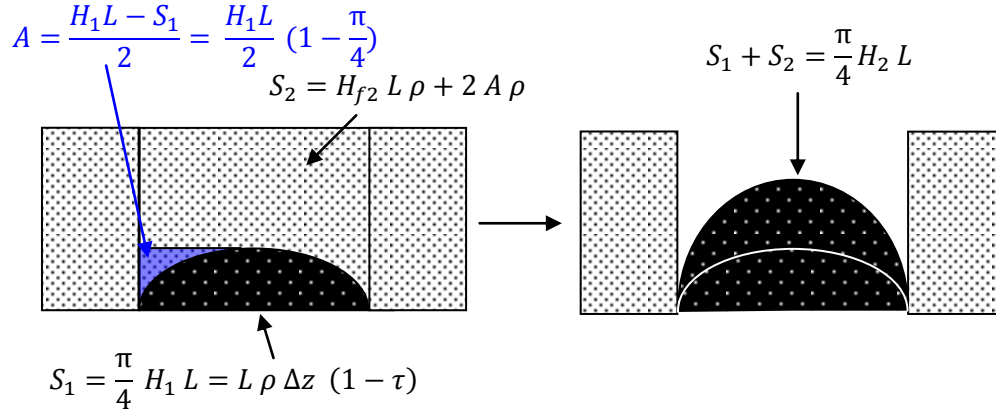


Figure 2.25 – Représentation schématique de la consolidation de la deuxième couche du modèle à front elliptique sans remplissage.

Cette figure permet d'écrire :

$$S_1 + S_2 = \frac{\pi}{4} H_2 L = \frac{\pi}{4} H_1 L + H_{f2} L \rho + H_1 L \rho \left(1 - \frac{\pi}{4}\right) \quad (2.18)$$

$$H_2 = H_1 + \frac{4}{\pi} \rho \left[H_{f2} + H_1 \left(1 - \frac{\pi}{4}\right) \right] \quad (2.19)$$

L'expression (2.15) développée au paragraphe précédent pour calculer H_{f2} est toujours valable. Ce sera aussi le cas pour le modèle avec remplissage. La hauteur consolidée peut alors être calculé par récurrence pour toute couche n :

$$\begin{cases} H_1 = \frac{4}{\pi} \rho \Delta z (1 - \tau) \\ \forall n \geq 2, \quad H_n^{ssr} = H_{n-1} + \frac{4}{\pi} \rho \left[H_{fn} + H_{n-1} \left(1 - \frac{\pi}{4}\right) \right] \end{cases} \quad (2.20)$$

Pour le calcul direct en fonction de n :

$$\begin{aligned} H_1 &= \frac{4}{\pi} \rho \Delta z (1 - \tau) \\ \forall n \geq 2, \quad H_n &= H_1^{ssr} (1 - \rho)^{n-1} + \frac{4\rho}{\pi} \sum_{k=1}^{n-1} (1 - \rho)^{n-1-k} [(k+1)\Delta z (1 - \tau) - k \Delta r] \end{aligned} \quad (2.21)$$

Pour le cas avec remplissage, il est possible de dessiner la Figure 2.26. Le schéma de gauche n'a pas changé.

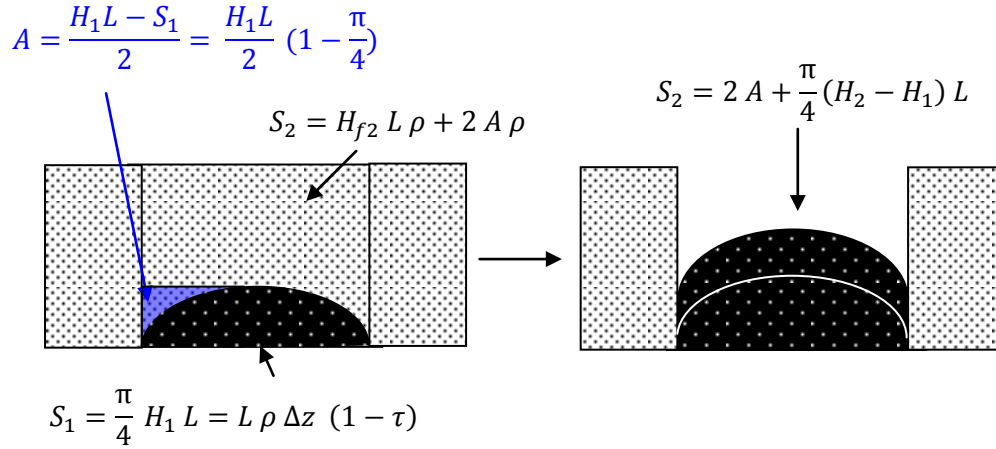


Figure 2.26 – Représentation schématique de la consolidation de la deuxième couche du modèle à front elliptique avec remplissage.

Cette figure permet d'écrire, en égalisant les deux expressions de S_2 :

$$H_{f2} L \rho + H_1 L \rho \left(1 - \frac{\pi}{4}\right) = H_1 L \left(1 - \frac{\pi}{4}\right) + \frac{\pi}{4} L (H_2 - H_1) \quad (2.22)$$

$$H_2 = \frac{4}{\pi} \left[H_{f2} \rho + H_1 \left[\rho \left(1 - \frac{\pi}{4}\right) + \frac{\pi}{2} - 1 \right] \right] \quad (2.23)$$

La hauteur consolidée peut alors être calculé par récurrence pour toute couche n :

$$\begin{cases} H_1 = \frac{4}{\pi} \rho \Delta z (1 - \tau) \\ \forall n \geq 2, \quad H_n^{avr} = \frac{4}{\pi} \left[H_{fn} \rho + H_{n-1} \left[\left(1 - \frac{\pi}{4}\right) \rho + \frac{\pi}{2} - 1 \right] \right] \end{cases} \quad (2.24)$$

Pour le calcul direct en fonction de n :

$$\begin{cases} H_1 = \frac{4}{\pi} \rho \Delta z (1 - \tau) \\ \forall n \geq 2, \quad H_n^{avr} = H_1 \left(2 - \frac{4}{\pi} - \rho\right)^{n-1} + \frac{4\rho}{\pi} \sum_{k=1}^{n-1} \left(2 - \frac{4}{\pi} - \rho\right)^{n-1-k} [(k+1)\Delta z (1 - \tau) - k \Delta r] \end{cases} \quad (2.25)$$

La Figure 2.27 indique pour les quinze premières couches le résultat du calcul de la hauteur de la hauteur à fondre pour différentes valeurs de compacité pour les deux modèles elliptiques. Ces deux modèles aboutissent à une forte divergence de la hauteur à consolider et le modèle sans remplissage arrive à donner une hauteur négative... Bien que ceci ne soit pas surprenant, il est évident que ce n'est pas réaliste et que le comportement réel est compris entre ces deux extrêmes. La convergence du modèle ne peut se faire qu'en tenant compte du taux de remplissage χ .

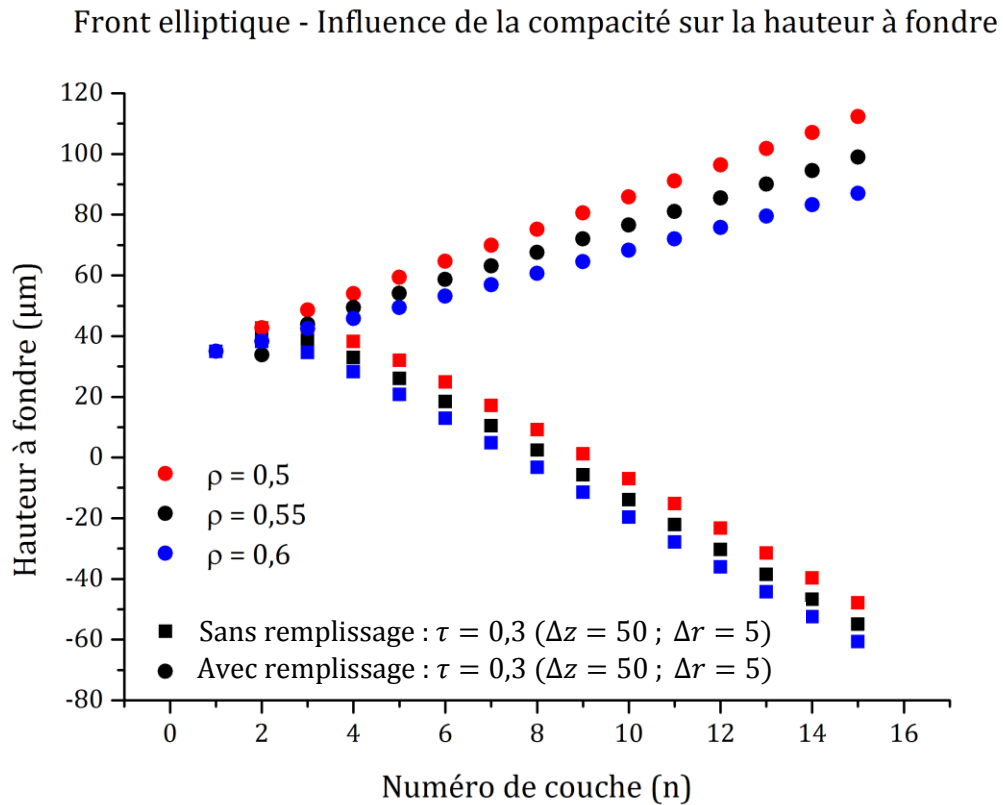
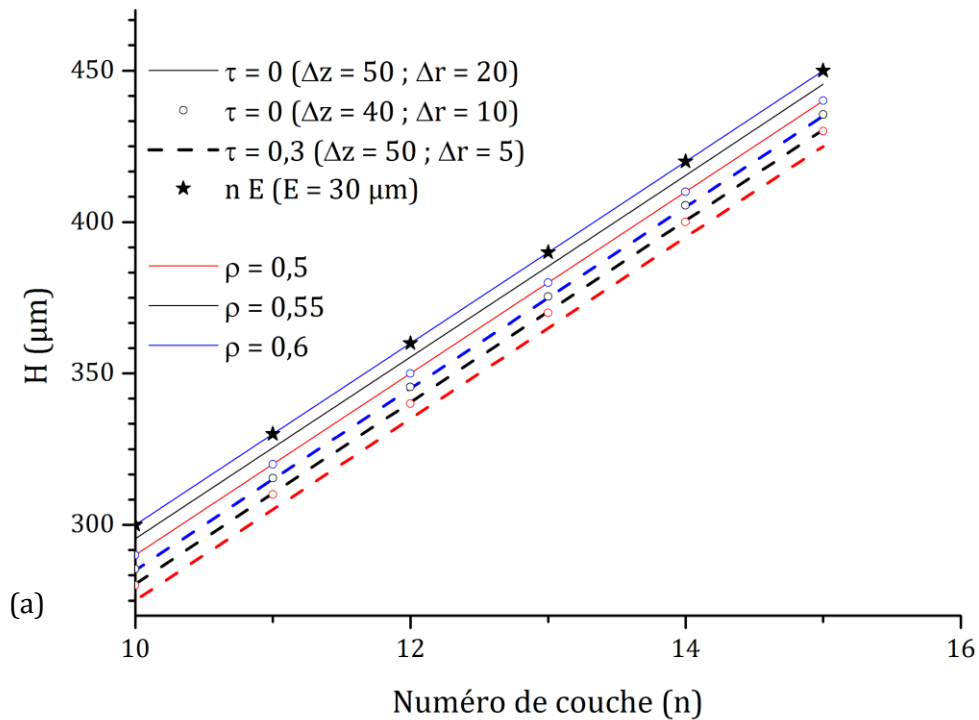


Figure 2.27 – Influence de la compacité sur la hauteur à fondre pour les deux modèles elliptiques.

En ce qui concerne la hauteur totale de la construction, la [Figure 2.28](#) montre l'influence de certains paramètres sur le modèle à front plat et sur les deux modèles à front elliptique. Pour le modèle à front plat, après un comportement particulier au début, non représenté mais qui se conçoit bien avec la [Figure 2.22](#), la construction est stable et sans à-coup. La droite étoilée référencée $n E$ indique simplement la hauteur totale de descente du piston de fabrication.

Front plat - Influence de la compacité et du taux de compaction sur la hauteur totale de la construction de $n = 10$ à $n = 15$



Front elliptique - Influence de la compacité et du taux de compaction sur la hauteur totale de la construction

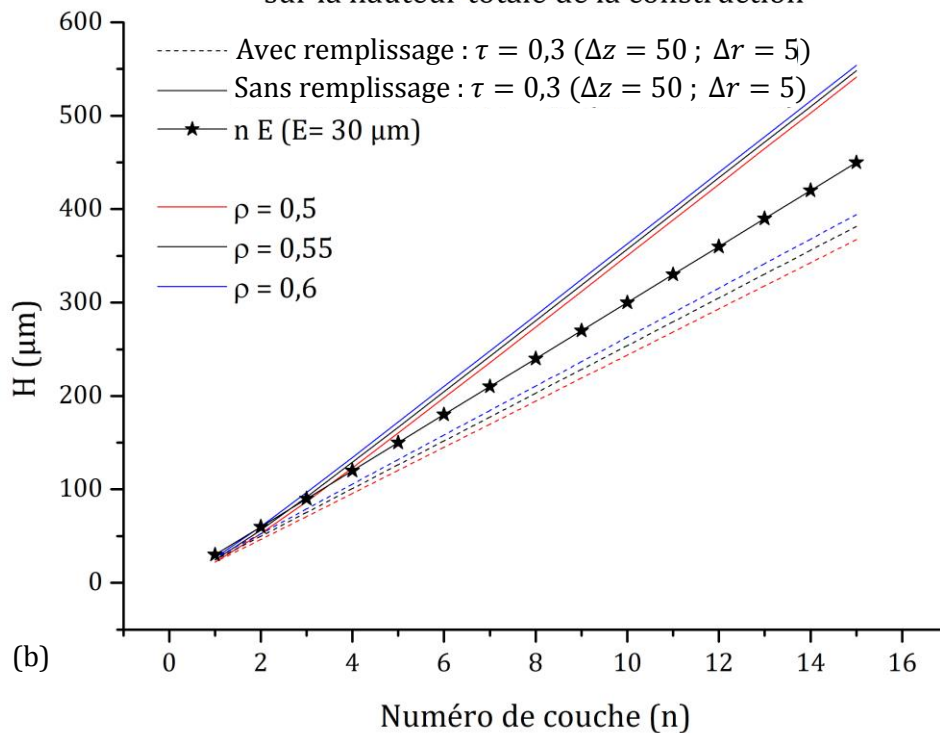


Figure 2.28 – Influence de la compacité et du taux de compaction sur la hauteur totale construite (a) des couches 10 à 15 pour le modèle à front plat et (b) pour les quinze premières couches pour les deux modèles elliptiques.

Les modèles elliptiques montrent, encore une fois un comportement divergent. Le modèle avec remplissage est évidemment bien en dessous de la hauteur de descente du piston, tandis que le modèle sans remplissage est bien au-dessus. Chacun de ces comportements pose un problème. Si le front de densification est trop bas par rapport au point de focalisation du faisceau laser (cas avec remplissage) alors la continuité entre couches n'est pas assurée, de même que la conduction thermique ce qui aboutit à une instabilité forte du procédé pour les couches successives. Ce commentaire pouvait déjà être fait avec la [Figure 2.27](#). Dans le cas sans remplissage, si la hauteur de la construction est fortement supérieure à la descente du piston de fabrication, il arrive nécessairement un moment où le système de dépôt de la poudre ne peut plus remplir son office voire se trouve complètement bloqué. Pour le rouleau de la machine Phénix PM100, il s'agit clairement d'une condition de blocage.

Après avoir constaté l'évolution de la hauteur nouvellement consolidée pour les premières couches, résultant de la fusion du dernier lit de poudre, il est maintenant nécessaire de regarder ce qui arrive pour un nombre de couche important, c'est-à-dire lorsque n tend vers l'infini. Pour cela, il faut récrire les équations de calcul direct avec les sommes en utilisant :

$$\Sigma = \sum_{k=1}^{n-1} q^{n-1-k} [(k+1)\Delta z (1-\tau) - k \Delta r] \quad (2.26)$$

$$\Sigma = \Delta z(1-\tau) \sum_{k=1}^{n-1} q^{n-1-k} + E \sum_{k=1}^{n-1} k q^{n-1-k} \quad (2.27)$$

$$\Sigma = \Delta z(1-\tau) \sum_{k=0}^{n-2} q^k + E \sum_{k=0}^{n-2} (n-1-k) q^k \quad (2.28)$$

$$\Sigma = \Delta z(1-\tau) \sum_{k=0}^{n-2} q^k + (n-1) \sum_{k=0}^{n-2} q^k - E \sum_{k=0}^{n-2} k q^k \quad (2.29)$$

$$\Sigma = [nE + \Delta r] \sum_{k=0}^{n-2} q^k - E \sum_{k=0}^{n-2} k q^k \quad (2.30)$$

Or, si $|q| < 1$:

$$\sum_{k=0}^{\infty} q^k = \frac{1}{1-q} \quad (2.31)$$

$$\sum_{k=0}^{\infty} k q^k = \frac{q}{(1-q)^2} \quad (2.32)$$

Donc :

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \Sigma = \frac{(n-1)E + \Delta z(1-\tau)}{1-q} - \frac{q E}{(1-q)^2} \quad (2.33)$$

En remplaçant q par $1-\rho$ ou par $2-\frac{\pi}{4}-\rho$ le cas échéant, et puisque $\lim_{n \rightarrow \infty} p^n = 0$ lorsque $|p| < 1$, il vient :

Pour le front plat :

$$\lim_{n \rightarrow \infty} H_n^{plat} = nE + \Delta z (1-\tau) - \frac{E}{\rho} \quad (2.34)$$

Pour le front elliptique sans remplissage :

$$\lim_{n \rightarrow \infty} H_n^{ssr} = \frac{4E}{\pi} \left(n - \frac{1}{\rho} \right) + \frac{4}{\pi} \Delta z (1 - \tau) \quad (2.35)$$

Pour le front elliptique avec remplissage, tant que $\rho > 1 - \frac{\pi}{4}$ ($\cong 0,2146$) :

$$\lim_{n \rightarrow \infty} H_n^{avr} = \frac{4\rho [E(n - 1) + \Delta z (1 - \tau)]}{4 + \pi\rho - \pi} - \frac{4\rho E(2\pi - 4 - \pi\rho)}{(4 + \pi\rho - \pi)^2} \quad (2.36)$$

Pour $\rho \geq 0,4$ ces expressions peuvent être utilisées dès $n \geq 20$. Pour le front elliptique, de manière générale, avec x le taux de remplissage :

$$\lim_{n \rightarrow \infty} H_n^{elliptique} = x \lim_{n \rightarrow \infty} H_n^{avr} + (1 - x) \lim_{n \rightarrow \infty} H_n^{ssr} \quad (2.37)$$

Après chaque nouvelle couche n , le piston de fabrication est descendu d'une hauteur total $H_p = n E$. La différence entre cette hauteur, et la hauteur totale de consolidation s'écrit $H_p - H_n$ et donne :

Pour le front plat :

$$\lim_{n \rightarrow \infty} H_p - H_n^{plat} = \frac{E}{\rho} - \Delta z (1 - \tau) \quad (2.38)$$

Pour le front elliptique, de manière générale :

$$\lim_{n \rightarrow \infty} H_p - H_n^{elliptique} = nE - x \lim_{n \rightarrow \infty} H_n^{avr} - (1 - x) \lim_{n \rightarrow \infty} H_n^{ssr} \quad (2.39)$$

De manière évidente, pour le front plat, cette différence est constante ; elle ne diverge pas, c'est-à-dire que la construction est stable. C'est la traduction mathématique de l'observation faite sur la Figure 2.28 (a). Pour le cas elliptique, les équations sont plus complexes et $H_p - H_n^{elliptique}$ diverge si la valeur du taux de remplissage x n'est pas choisie correctement. Cette valeur n'est en fait pas complètement abstraite car elle représente en définitive la forme du cordon solidifié, bien que le modèle développé ne permette pas de rendre compte de cette forme. Il n'a pas été développé pour cela. Lorsque x est pris égal à 0 ou à 1, cela représente les deux cas extrêmes utilisés comme modèles, mais qui ne correspondent pas à une réalité physique.

L'influence du taux de remplissage tel que défini précédemment est représenté sur la Figure 2.29. Le graphique montre qu'un taux de remplissage de 0,8 permet de limiter la divergence, mais du fait de l'échelle des ordonnées, cette divergence reste trop importante. Une valeur particulière du taux de remplissage comprise entre 0,6 et 0,8 permettrait d'obtenir une convergence.

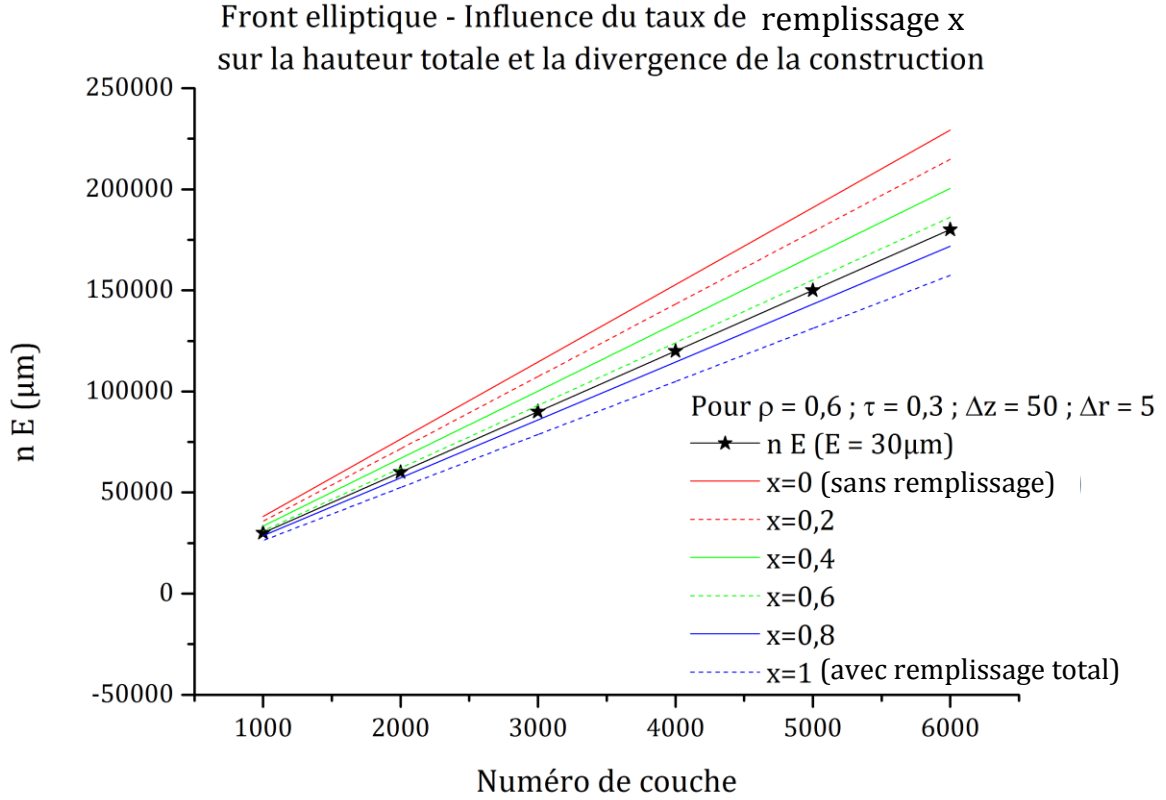


Figure 2.29 – Influence du taux de remplissage x sur la hauteur totale de la construction dans le modèle elliptique

La distance séparant la descente totale du piston de la dernière couche de la construction est stable si et seulement si :

$$\frac{d}{dn} \lim_{n \rightarrow \infty} H_p - H_n^{elliptique} = 0 \quad (2.40)$$

Il vient :

$$x = \frac{\frac{4}{\pi} - 1}{\frac{4}{\pi} - \frac{4\rho}{4 + \pi\rho - \pi}} \quad (2.41)$$

Il apparaît clairement que x est toujours, et uniquement, fonction de ρ . Une application numérique donne $x = 0,6858$ pour $\rho = 60\%$, ce qui est bien compris entre 0,6 et 0,8. En outre la Figure 2.30 montre que lorsque x respecte l'équation (2.41), la hauteur à fondre est convergente et atteint une asymptote différente de celle obtenue avec le modèle à front plat. La hauteur de couche consolidée est aussi convergente et atteint toujours $30\mu m$. Enfin, le graphique du bas montre que le modèle elliptique permet aussi d'obtenir une hauteur de construction stable et que cette hauteur est toujours supérieure à celle calculée par le front plat ce qui, en tout logique, est parfaitement normal.

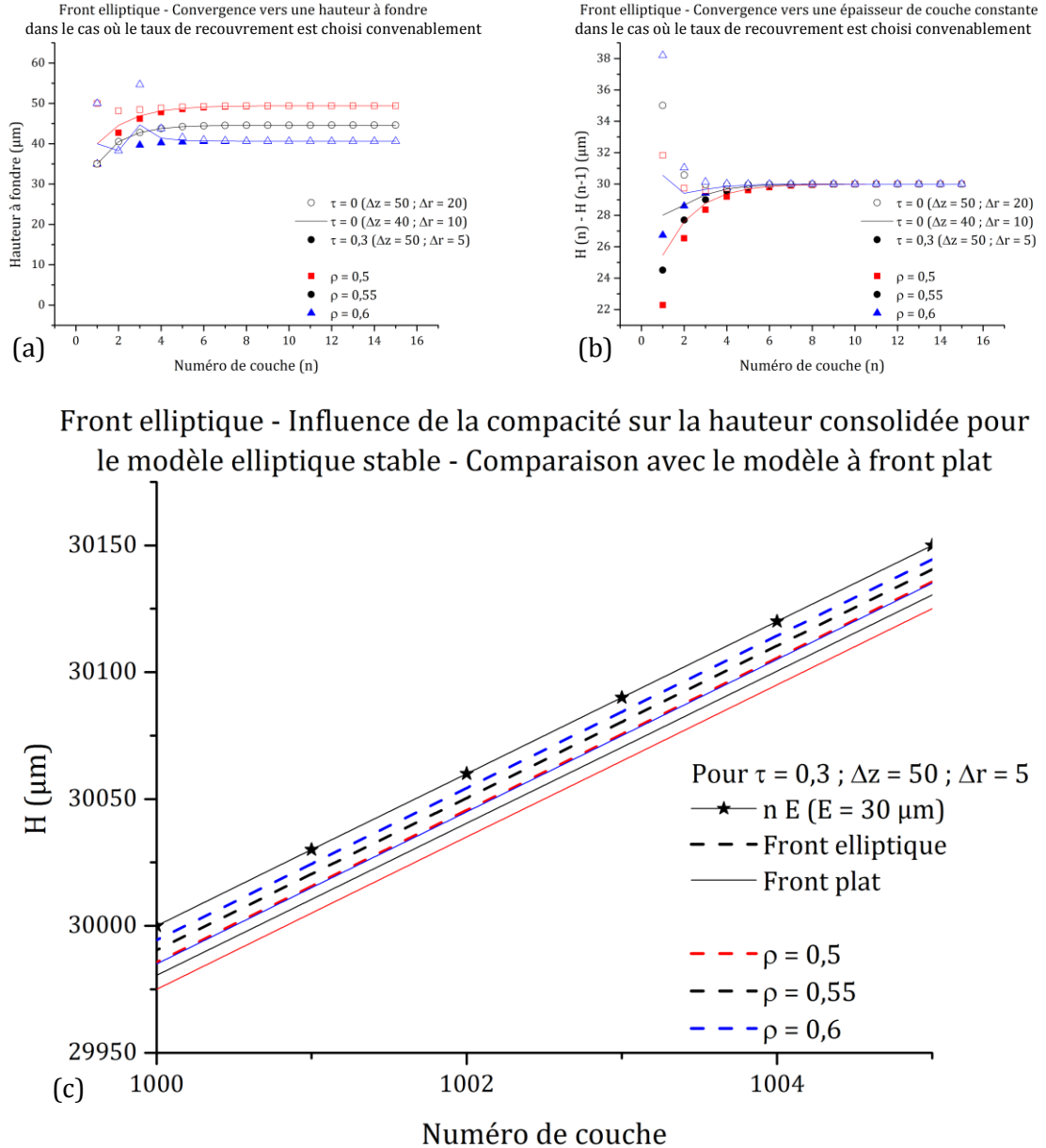


Figure 2.30 –(a) Représentation de la convergence de (a) la hauteur à fondre et (b) la hauteur de couche consolidée dans le cas du front elliptique où x respecte l'équation (2.41), (c) Comparaison du modèle elliptique et du modèle à front plat sur la hauteur totale de construction pour un nombre de couches important.

2.5.3. Prise en compte du retrait latéral

Jusqu'à présent, il a été considéré que lors de la consolidation, le retrait latéral était nul. En fait, lors de la mise en place du lit de poudre, la zone du retrait latéral, c'est-à-dire les deux parties situées de part et d'autre du cordon, se trouve à nouveau remplie de poudre. Afin de prendre en compte le retrait latéral, il est défini la grandeur ϕ telle que la largeur du cordon consolidé soit ϕL et non plus L comme l'indique la Figure 2.31. Cette grandeur sera considérée à la fois constante pendant toute la construction et indépendante du volume de poudre à consolider et de la compacité du lit de poudre. Enfin seul le cas $\phi < 1$ sera étudié et il est évident que le cas mathématique où $\phi = 0$ ne sera pas abordé !

Aussi, de manière implicite, le retrait dû au refroidissement a été négligé jusqu'à présent. Cela restera le cas car le coefficient d'expansion thermique est suffisamment faible pour la

plupart des matériaux pour que son influence sur la construction soit vraiment négligeable à cette échelle.

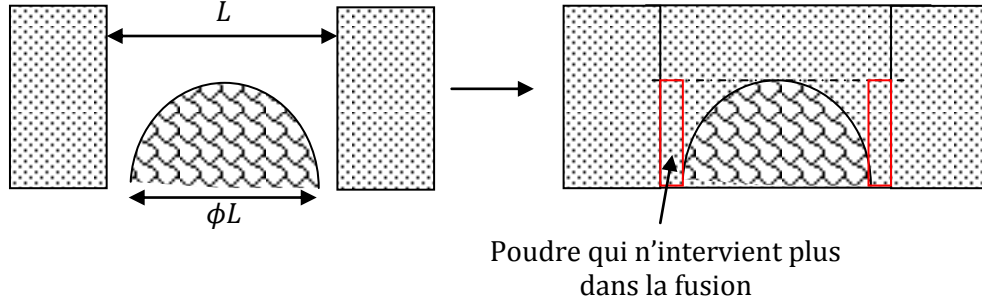


Figure 2.31 – Représentation schématique de la consolidation de la première couche du modèle à front elliptique en prenant en compte le retrait latéral.

Pour le cas à front plat, les calculs montrent que pour déterminer la hauteur de la construction, il suffit de remplacer ρ dans les équations précédentes par ρ/ϕ . Cela tend à considérer que, avec le retrait, tout se passe comme si le lit de poudre était simplement plus dense. Évidemment $\rho/\phi < 1$. Ainsi, pour le front plat :

$$\left\{ \begin{array}{l} H_1 = \frac{\rho}{\phi} \Delta z (1 - \tau) \\ \forall n \geq 2, \quad H_n = H_1 \left(1 - \frac{\rho}{\phi}\right)^{n-1} + \frac{\rho}{\phi} \sum_{k=1}^{n-1} \left(1 - \frac{\rho}{\phi}\right)^{n-1-k} [(k+1)\Delta z (1 - \tau) - k \Delta r] \end{array} \right. \quad (2.42)$$

$$\lim_{n \rightarrow \infty} H_n^{plat} = nE + \Delta z (1 - \tau) - \frac{\phi E}{\rho} \quad (2.43)$$

$$\lim_{n \rightarrow \infty} H_p - H_n^{plat} = \frac{\phi E}{\rho} - \Delta z (1 - \tau) \quad (2.44)$$

Pour le front elliptique, H_1 reste identique pour les deux cas de calcul et vaut :

$$H_1^{elliptique} = \frac{4\rho}{\pi\phi} \Delta z (1 - \tau) \quad (2.45)$$

Puis :

$$\begin{aligned} H_n^{ssr} = H_1 & \left(1 + \rho \left[\frac{4}{\pi} - \frac{4}{\pi\phi} - 1\right]\right)^{n-1} \\ & + \frac{4\rho}{\pi\phi} \sum_{k=1}^{n-1} \left(1 + \rho \left[\frac{4}{\pi} - \frac{4}{\pi\phi} - 1\right]\right)^{n-1-k} [(k+1)\Delta z (1 - \tau) - k \Delta r] \end{aligned} \quad (2.46)$$

$$\begin{aligned} H_n^{avr} = H_1 & \left(2 - \frac{\pi}{4} + \rho \left[\frac{4}{\pi} - \frac{4}{\pi\phi} - 1\right]\right)^{n-1} \\ & + \frac{4\rho}{\pi\phi} \sum_{k=1}^{n-1} \left(2 - \frac{\pi}{4} + \rho \left[\frac{4}{\pi} - \frac{4}{\pi\phi} - 1\right]\right)^{n-1-k} [(k+1)\Delta z (1 - \tau) - k \Delta r] \end{aligned} \quad (2.47)$$

Enfin, tant que $\rho < \frac{\pi \phi}{(4-\pi)\phi-4}$:

$$\lim_{n \rightarrow \infty} H_n^{ssr} = \frac{4(E(n-1) + \Delta z(1-\tau))}{\pi\phi + 4 - 4\phi} - \frac{4E\phi\pi + \rho(4\phi - 4 - \phi\pi)}{\rho(\pi\phi + 4 - 4\phi)^2} \quad (2.48)$$

$$\lim_{n \rightarrow \infty} H_n^{avr} = 4\rho \left[\frac{(n-1)E + \Delta z(1-\tau)}{4\phi - \pi\phi - \rho(4\phi - \pi\phi - 4)} - \frac{2\pi\phi - 4\phi + \rho(4\phi - \pi\phi - 4)}{(4\phi - \pi\phi - \rho(4\phi - \pi\phi - 4))^2} E \right] \quad (2.49)$$

Avec toujours :

$$H_n^{elliptique} = x H_n^{avr} + (1-x) H_n^{ssr} \quad (2.50)$$

Où, pour une construction non divergente :

$$x = \frac{1 - \frac{4}{\pi\phi + 4 - 4\phi}}{\frac{4\rho}{4\phi - \pi\phi - \rho(4\phi - \pi\phi - 4)} - \frac{4}{\pi\phi + 4 - 4\phi}} \quad (2.51)$$

Et finalement l'équation devient, dans le cas elliptique :

$$\lim_{n \rightarrow \infty} H_p - H_n^{elliptique} = E \left[1 + \left(\frac{1}{\rho} - 1 \right) \frac{\phi\pi + \rho(4\phi - 4 - \phi\pi)}{\pi\phi + 4 - 4\phi} + \rho \frac{2\pi\phi - 4\phi + \rho(4\phi - \pi\phi - 4)}{4\phi - \pi\phi - \rho(4\phi - \pi\phi - 4)} \right] - \Delta z(1-\tau) \quad (2.52)$$

Cette équation ressemble à l'équation (2.44) obtenue dans le cas du modèle à front plat ; simplement, le rapport ϕ/ρ est remplacé par une fonction plus complexe de ϕ et ρ .

La Figure 2.32 présente l'évolution de l'épaisseur des premières couches de la construction pour deux taux de compactage, en fonction du retrait latéral et de la compacité du lit de poudre. Il est possible d'observer l'influence du retrait axial sur l'épaisseur des couches sur les deux graphes. Plus le retrait est important, c'est-à-dire plus ϕ est petit, plus la convergence vers l'épaisseur demandée est rapide. Le retrait latéral fait écho à la compacité du lit de poudre. Bien que cette relation n'ait pas été prise en compte dans le développement du modèle avec retrait, un retrait plus important traduirait une compacité du lit de poudre plus faible.

Sur le premier graphe, la courbe noire continue figurant l'épaisseur consolidée pour un lit de poudre de compacité 0,6 est superposée aux croix figurant un retrait non nul pour une compacité de 0,5. La valeur de ϕ correspondante est 0,835. Cela traduit une certaine équivalence entre retrait et augmentation de la compacité. Mais cette équivalence ne peut pas s'exprimer comme dans le cas du front plat, comme une équivalence directe entre ces deux paramètres, en remplaçant ρ par ρ/ϕ . En effet, le graphique du bas indique que la superposition de la courbe noire continue et des croix se fait pour $\phi = 0,86$ et plus pour $\phi = 0,835$.

Le modèle elliptique avec retrait latéral aboutit donc à une relation forte entre ce retrait latéral et la compacité du lit de poudre mais il n'y a pas d'équivalence directe du fait des hypothèses de calcul.

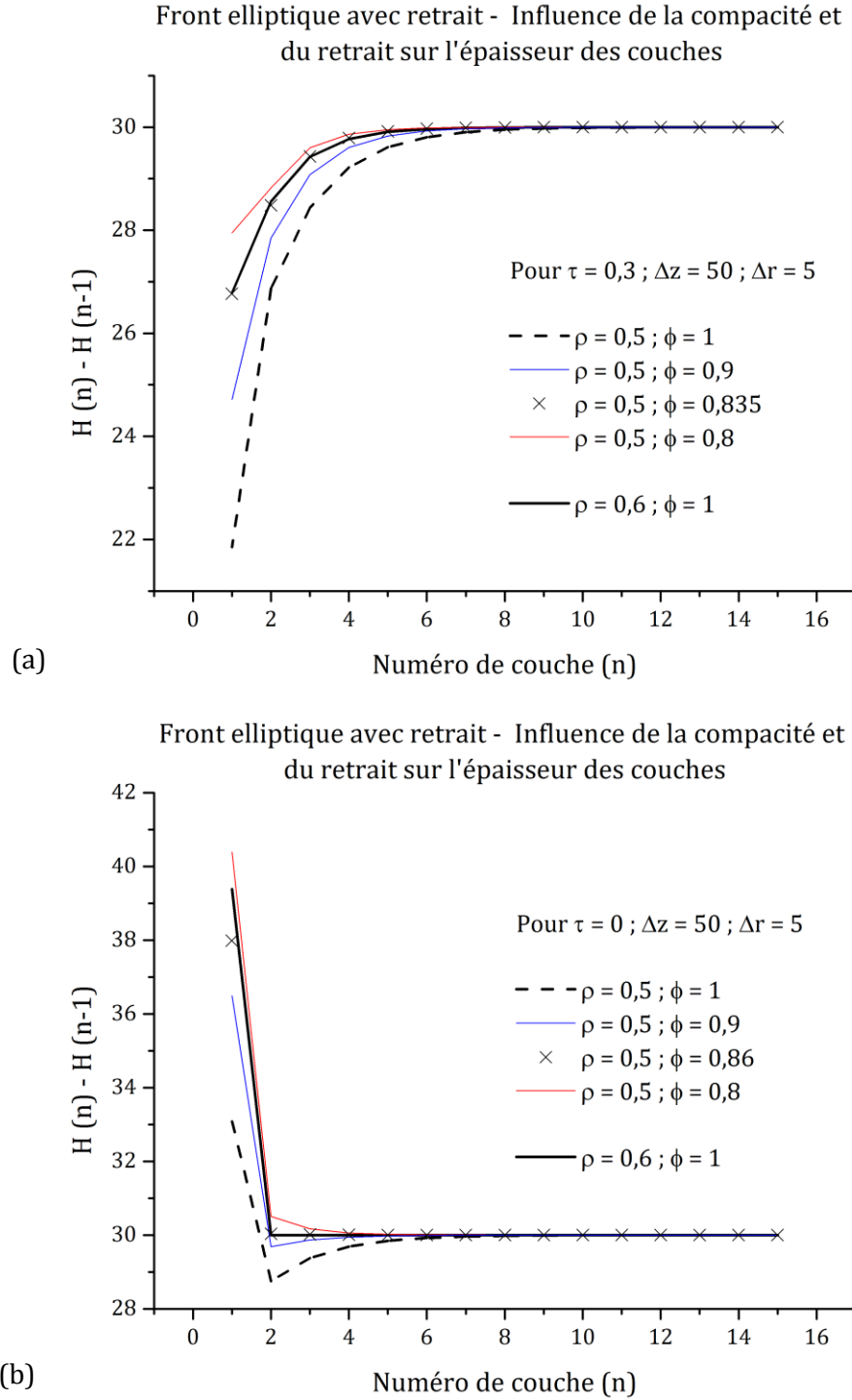


Figure 2.32 – Influence de la compacité et du retrait latéral sur la hauteur de couche consolidée pour un taux de compaction de (a) 30 % et (b) 0 %.

2.5.4. Sensibilité aux paramètres par études statistiques et front parabolique

L'utilisation d'un logiciel de calcul permet d'ajouter une certaine variabilité naturelle dans les paramètres physiques et opératoires. Un programme *Scilab* basé sur les équations (2.48), (2.49), (2.50) et (2.51) a été écrit en remplaçant les valeurs constantes de ρ , ϕ et Δz par une distribution gaussienne de telle sorte qu'à chaque nouvelle couche ces paramètres soient re-déterminés de manière aléatoire. Pour définir la distribution normale, outre la valeur modale, il

est nécessaire de fournir un écart-type. La valeur de x est aussi mise à jour à chaque nouvelle couche.

Le programme a été d'abord lancé de manière à observer l'effet de la variabilité statistique sur la compacité seule, puis sur le retrait latéral seul. Les résultats sur les 2000 premières couches montrent toujours une construction stable (Figure 2.33) car la hauteur de la consolidation suit la descente du piston, mais du fait de la dépendance de x avec ρ et ϕ et que ce paramètre est calculé à chaque nouvelle itération, l'épaisseur de couche consolidée diverge totalement lorsque l'écart-type de ces deux paramètres est trop important (Figure 2.34). La description gaussienne du paramètre Δz ne présente pas cet effet puisqu'il n'influence pas x .

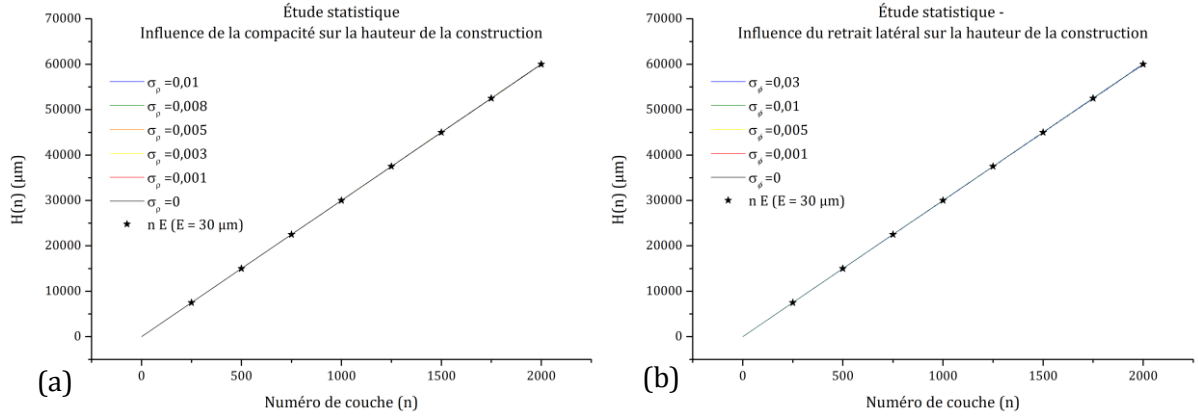


Figure 2.33 – Représentation graphique de l'étude statistique de l'influence de (a) la compacité et (b) du retrait latéral sur la hauteur totale consolidée pour le modèle elliptique avec retrait latéral. Ce qui est intéressant de constater c'est la superposition de la descente du piston de fabrication, figurée par les étoiles, avec toutes les droites calculées pour différentes distributions gaussiennes de ρ et ϕ de même valeur moyenne. Cela tend à traduire la stabilité du procédé.

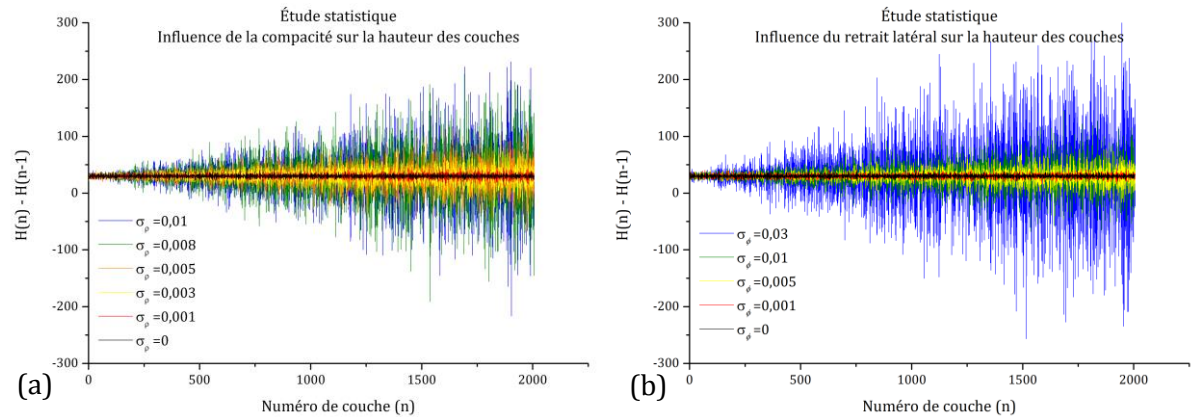


Figure 2.34 – Représentation du résultat du modèle elliptique avec retrait latéral sur l'épaisseur des couches en ajoutant une certaine variabilité naturelle à (a) la compacité du lit de poudre et (b) au retrait latéral. Cette variabilité naturelle suit une loi normale d'écart-type σ_ρ pour la compacité et σ_ϕ pour le retrait latéral. Les valeurs d'écart-types utilisées pour les calculs sont données sur les graphiques et les valeurs moyennes de la distribution sont respectivement 0,55 et 0,9.

Pour la suite, le mode des paramètres ρ a été fixé à 0,55 et ϕ est pris égal à 0,8 ou 0,9 ce qui permet d'indiquer une plage de valeur possible. La variabilité gaussienne des paramètres ρ et ϕ n'est finalement pas prise en compte directement dans leur définition. Ceux-ci ont été fixés à une valeur constante. La variabilité de ces paramètres a été intégrée à la variabilité de l'épaisseur du lit de poudre en fixant l'écart-type du paramètre opératoire Δz à $5 \mu m$. Les valeurs des paramètres prises en compte sont caractéristiques du procédé en général et sur la machine Phénix en particulier.

La Figure 2.35 montre les résultats d'une réalisation multiple d'un même processus en utilisant le modèle à front plat avec retrait latéral. Pour un même couple de paramètres $\{\Delta z, \tau\}$ choisis, le calcul a été lancé dix fois et l'ensemble des résultats est représenté pour donner une idée de la dispersion possible. Pour le couple $\{50 \mu\text{m}, 30 \%\}$ où $\Delta z (1 - \tau) = 35 \mu\text{m}$, les hauteurs consolidées calculées sont essentiellement situées en dessous de la référence, constituée par la descente totale du piston de fabrication, même dans le cas où $\phi = 0,8$. Pour l'autre couple de paramètres $\{50 \mu\text{m}, 0 \%\}$, les hauteurs sont majoritairement au-dessus de la référence, la dépassant parfois de $20 \mu\text{m}$, alors que l'épaisseur de couche est toujours fixée à $30 \mu\text{m}$.

La Figure 2.36 montre les résultats des calculs utilisant le modèle à front elliptique avec retrait latéral. Les paramètres utilisés sont identiques à ceux employés pour le modèle à front plat. Pour les deux couples $\{\Delta z, \tau\}$ le discours manifesté dans la description de la figure précédente reste valable ; dans le premier cas, les hauteurs sont majoritairement situées sous la référence, tandis que dans le second cas, elles sont exclusivement au-dessus, et peuvent la dépasser de $25 \mu\text{m}$. En d'autres termes, ces derniers paramètres aboutissent constamment, et ce de manière *mécanique*, à une hauteur consolidée supérieure à la descente du piston. Dans une certaine mesure, cela ne pose pas de problème car la construction de la couche supérieure se fait après un nouvel abaissement du piston de fabrication. Si le surplus de hauteur par rapport à la référence ($H_n - nE$) est inférieur à la descente du piston pour la nouvelle couche soit $\Delta z (1 - \tau)$, cet effet serait transparent pour la construction. C'est ce que semble justement indiquer cette figure car l'inégalité $H_n - nE < \Delta z (1 - \tau)$ est respectée dans tous les cas. Mais le modèle développé ici n'est qu'un modèle mathématique basé sur des considérations géométriques. Il ne tient pas compte du fait que le cordon consolidé peut ne pas être totalement dense et il ne tient pas non plus compte des phénomènes physiques qui peuvent intervenir pendant la fabrication.

Parmi ceux-ci, il peut être cité la variation d'épaisseur du premier lit de poudre due à une planéité du substrat non parfaite ; les réflexions laser dynamiques sur les particules de poudres ; le changement aléatoire de direction de la polarisation du faisceau ; la possibilité de formation d'un plasma local à la surface du bain de fusion qui peut *écranter* partiellement le faisceau ; une température excessive qui peut provoquer une évaporation de la matière, laquelle, en partenariat ou non avec le plasma, induit une pression de recul sur le cordon ; les phénomènes hydrodynamiques engendrés par les mouvements de convection : les forces de tension de surface en compétition qui s'exercent sur le cordon pour stabiliser sa forme en minimisant l'énergie de surface de manière dynamique (formation de microgouttelettes) ; les forces capillaires engendrées par les interstices entre poudre adjacentes ; l'éjection de matière, etc. Tout autant de phénomènes qui peuvent induire une variation sensible de la hauteur locale de construction. De plus, le modèle elliptique avec retrait latéral prend, malgré tout, difficilement en compte la variabilité naturelle de la compacité du lit de poudre...

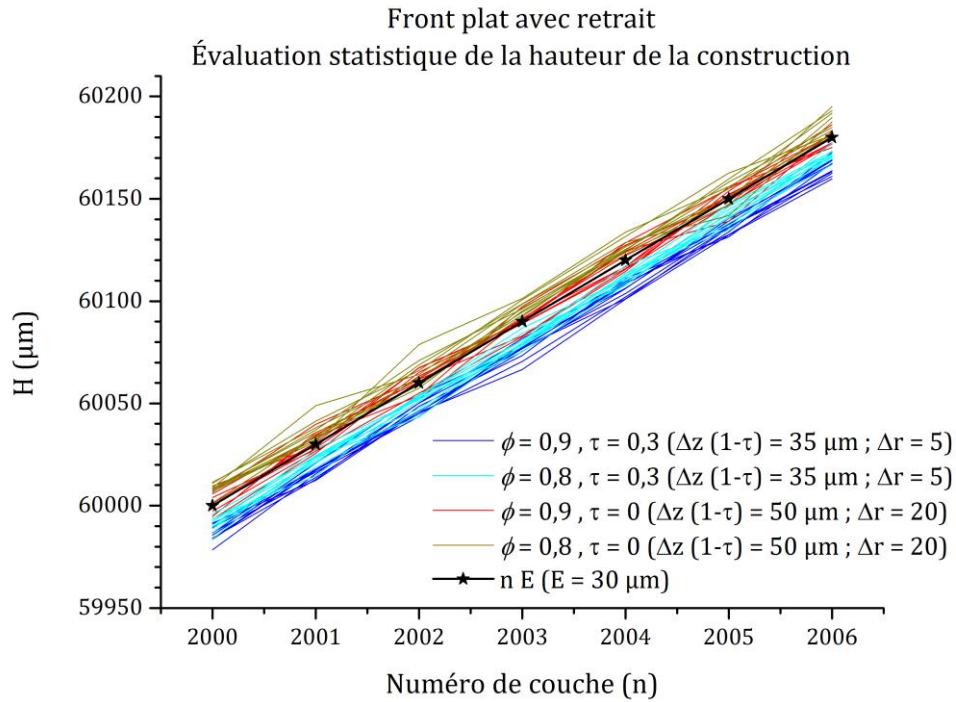


Figure 2.35 – Évaluation statistique de la hauteur de construction en utilisant le modèle à front plat avec retrait latéral pour quatre conditions de fabrication différentes. Pour le calcul, la distribution normale de l'abaissement du piston Δz a un écart-type de $5 \mu\text{m}$. La compacité du lit de poudre ρ vaut $0,55$ et la valeur modale de Δz est égale à $50 \mu\text{m}$.

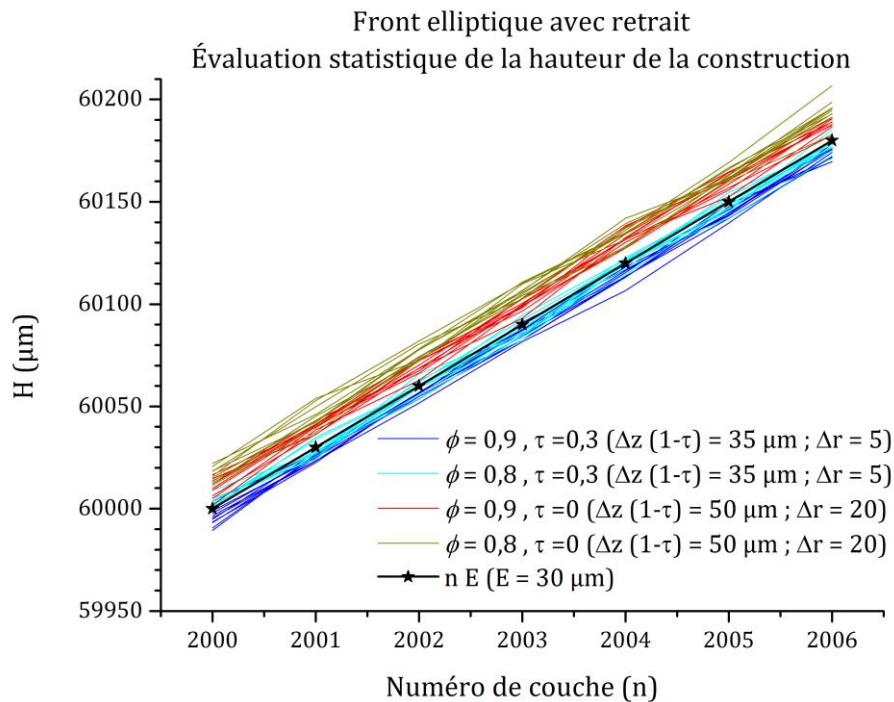


Figure 2.36 – Évaluation statistique de la hauteur de construction en utilisant le modèle elliptique avec retrait latéral pour quatre conditions de fabrication différentes. Pour le calcul, la distribution normale de l'abaissement du piston Δz a un écart-type de $5 \mu\text{m}$. La compacité du lit de poudre ρ vaut $0,55$ et la valeur modale de Δz est égale à $50 \mu\text{m}$.

Il est aussi possible de considérer que la section du cordon solide n'est finalement pas une ellipse, mais plutôt une parabole. Les calculs, non présentés ici, montrent que les équations développées pour le modèle à front elliptique restent valables pour le modèle à front parabolique à l'unique condition de remplacer le facteur $4/\pi$ par $3/2$. La Figure 2.37 montre l'évolution de la hauteur consolidée pour différentes conditions de fabrication pour le front parabolique. Dans l'absolu, le profil réel se situerait entre l'ellipse et la parabole. De fait du facteur $3/2$ supérieur au facteur $4/\pi$, les hauteurs calculées sont un peu supérieures à celle du modèle elliptique.

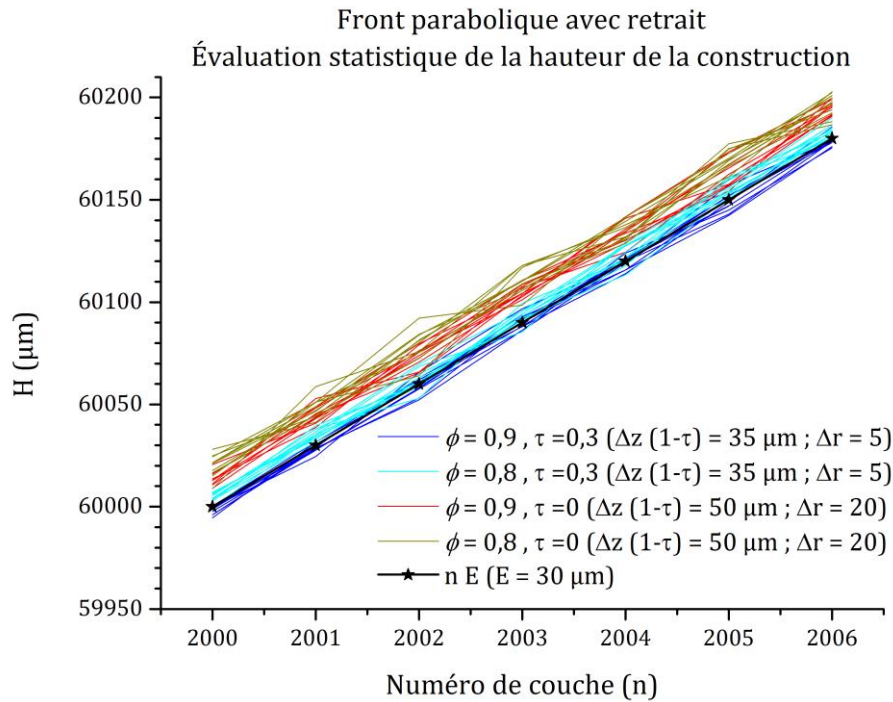


Figure 2.37 – Évaluation statistique de la hauteur de construction en utilisant le modèle parabolique avec retrait latéral pour quatre conditions de fabrication différentes. Pour le calcul, la distribution normale de l'abaissement du piston Δz a un écart-type de $5 \mu\text{m}$. La compacité du lit de poudre ρ vaut $0,55$ et la valeur modale de Δz est égale à $50 \mu\text{m}$.

Paramètres		$\Delta z (\mu\text{m})$		50			
		ρ		0,55			
		τ					
		ϕ		0,3	0,5	0	0,5
$\lim_{n \rightarrow \infty} H_p - H_n$	Front plat – Modèle	14,09	8,64	-7,73	-0,91	-6,36	-22,72
	Front plat – Simulation	13,94	8,83	-7,69	-0,48	-6,14	-22,61
	Front elliptique – Modèle	4,81	0,18	-13,37	-10,18	-14,85	-28,37
	Front elliptique – Simul.	4,87	0,68	-13,42	-10,47	-15,29	-28,32
	Front parabolique – Mod.	0,49	-4,01	-16,38	-14,51	-19,01	-31,38
	Front parabolique – Simul.	1,01	-3,88	-16,41	-14,20	-18,56	-31,52

Tableau 2.1 – Tableau indiquant les valeurs de surépaisseur, en μm , dans les modèles à front plat, à front elliptique et à front parabolique dans les différents cas représentés sur les figures précédentes. Le tableau présente à la fois les résultats du modèle brut, sans variabilité naturelle, et une moyenne des valeurs de la simulation. Lorsque la grandeur $\lim_{n \rightarrow \infty} H_p - H_n$ est négative, cela indique que le haut du cordon est au-dessus de la référence.

Au final, il est plus sûr de limiter de manière mécanique le surplus de hauteur, pour laisser une marge de manœuvre plus importante à la physique, ceci afin de réduire le risque de blocage du rouleau de dépôt sur la construction. Les modèles elliptique et parabolique sont plus adaptés à cet objectif car ils sont plus discriminants ; ils présentent une valeur moyenne de la hauteur consolidée, pour chacun des cas représentés, supérieure à celle donnée par le modèle à front plat, comme le rappelle le [Tableau 2.1](#). Il est à noter que Vinson [VIN14] mesure un retrait latéral d'environ 50 % en observant la surface d'un lit de poudre de Nimonic 263 après irradiation de segments, à l'aide d'un profilomètre laser. La différence de hauteur entre le haut du cordon et le lit de poudre pour cette condition est aussi donnée dans le [Tableau 2.1](#) pour les trois modèles. Autrement dit, les modèles développés permettent de bien mettre en exergue l'influence des paramètres opératoires mécaniques sur la fabrication et notamment l'épaisseur du lit de poudre, par l'intermédiaire du taux de compaction. En effet, il est plus difficile de jouer sur le taux de compacité et sur le retrait.

De fait, pour une épaisseur de couche de 30 μm et un abaissement de piston de 50 μm , il semblerait être préférable de choisir un taux de compactage de 30 % ($\Delta z (1 - \tau) = 35 \mu\text{m}$) plutôt que de 0 % ($\Delta z (1 - \tau) = 50 \mu\text{m}$) sous peine de risquer une interruption de construction par blocage du rouleau. Après le changement de la procédure de mise en couche au profit d'une épaisseur de lit de poudre de 36 μm (abaissement du piston de 40 μm puis compactage de 10 %) au lieu de 50 μm sur la machine PM100, l'expérience montre que l'occurrence des frottements du rouleau sur la surface supérieure de la pièce a été significativement réduite.

L'objectif du chapitre était de présenter la complexité du procédé à travers l'étude des différents éléments le constituant ainsi que la multitude des paramètres physiques qui lui sont relatifs. Outre la puissance et la vitesse de balayage du faisceau laser, qui sont les paramètres les plus classiques permettant d'ajuster la densité de puissance, ou la fluence photonique, focalisée sur la matière, ce chapitre tente de mettre en exergue l'importance de la polarisation du faisceau ainsi que de sa composition modale.

La polarisation s'avère être un paramètre opératoire important des procédés de perçage laser et de découpe laser permettant de stabiliser ces procédés et de raccourcir le temps de traitement en utilisant plus efficacement l'énergie du faisceau. C'est un paramètre méconnu et généralement négligé car la quasi-totalité des articles traitant du traitement des matériaux par laser ne précise malheureusement pas l'état de polarisation du faisceau utilisé. En ce qui concerne le procédé de soudage par laser, des études ont montré une influence faible de la polarisation. Toutefois, en considérant que les alliages étudiés possèdent une forte réflectivité pour la longueur d'onde du laser CO₂ utilisé, ces résultats ne sont ni surprenants, ni caractéristiques pour d'autres matériaux et d'autres longueur d'onde d'excitation. Pour le procédé de fusion sélective, dans la mesure où les particules de poudre présentent un volume poreux au faisceau, l'effet de la polarisation pourrait être non négligeable sur le rendement d'absorption de l'énergie, l'intensité et la propagation des réflexions multiples, ou simplement sur la stabilité du procédé.

La composition modale du faisceau regroupe à la fois le spectre fréquentiel et la forme du profil d'intensité par l'intermédiaire des modes longitudinaux et des modes transverses respectivement. L'objectif du procédé est de faire fondre la matière. D'un point de vue quantique, la fusion des métaux intervient lorsque la population des phonons est suffisante pour rompre l'ordre à grande échelle, c'est-à-dire que les niveaux d'énergie des vibrations quantiques du réseau sont suffisamment peuplés. Le rôle du laser est justement de peupler ces niveaux d'énergie et il est alors étrange de constater que le faisceau laser n'est armé que d'une seule fréquence, ou plutôt une gamme de fréquence très fine, pour mener à bien sa mission. En effet, la plupart des dispositifs laser utilisés présente un caractère monochromatique, qui est loin d'être nécessaire pour des applications hors télécommunication ou spectroscopie. En outre, le fait de réduire la quantité de modes longitudinaux, donc le nombre de fréquence dans le spectre, induit une diminution du rendement de conversion de l'énergie électrique en énergie électromagnétique au niveau du dispositif d'émission laser. La réduction de la monochromaticité du faisceau laser pourrait faciliter la fusion de la matière, la rendre plus rapide pour un seuil de puissance plus faible du fait d'un nombre de fréquences d'excitation plus important. Enfin, les modes transverses, de modes longitudinaux différents, jouent sur la forme du profil d'intensité et donc sur la répartition énergétique. Une superposition de modes transverses permet l'existence de plusieurs pics de densité de puissance dans le faisceau, ce qui suggérerait des mouvements de convection dans le bain liquide différents. Cet aspect peut être intéressant pour l'homogénéisation de l'alliage. Les gradients thermiques peuvent aussi être réduits pour mener à une vitesse de refroidissement moins importante. Dans certains cas, notamment le traitement de superalliages à base nickel fortement chargés en aluminium, cette vitesse de refroidissement peut être délétère pour l'alliage en induisant des contraintes importantes et, à terme, provoquer une fissuration,

Ainsi, différentes pistes peuvent être étudiées pour augmenter la vitesse de fusion du lit de poudre, et par là même augmenter le rendement énergétique du procédé ainsi que diminuer le temps de fabrication. Ces avantages restent pour l'instant hypothétiques car la littérature accessible traite peu de ces questions et donc des éventuels bénéfices ou inconvénients.

La dernière partie du chapitre quitte les considérations électromagnétiques pour cibler la mécanique du procédé et en particulier le mouvement cyclique du piston de fabrication. Le modèle développé, basé sur des considérations géométriques, prend en compte les différents paramètres qui interviennent dans la mise en couche et la consolidation du lit de poudre. Ce modèle permet notamment de calculer la hauteur totale de la construction, basée sur un empilement de monocordons, et de déterminer la différence entre cette hauteur totale et l'abaissement du piston de fabrication, pour deux formes de cordon différentes. Il est ainsi possible d'observer que cette

différence est négative dans le cas du modèle à front plat, et qu'elle est positive dans le cas du modèle à front elliptique, qui est déjà plus réaliste, en tenant compte d'un éventuel retrait latéral. En d'autres termes, le modèle à front elliptique montre que la construction dépasse la hauteur d'abaissement du piston ce qui peut mener à une rencontre, locale, avec le système de dépôt. Dans le cas de la machine Phénix PM100, l'ajustement des paramètres de mise en couche a permis de limiter fortement le problème d'accrochage du rouleau avec la surface qui apparaissait après quelques couches ou quelques dizaines de couches. Cet accrochage intervenait en multiple endroits de la surface consolidée, et en particulier au niveau des contours des pièces, ce qui finissait par empêcher le rouleau de passer et interrompait le cycle de fabrication.

Il est à noter que la hauteur consolidée de la première couche n'est pas caractéristique des hauteurs construites ultérieurement, mais elle permet de révéler l'intensité de la différence de hauteur que peut revêtir le cordon par rapport à la descente du piston. La hauteur de la première couche est proportionnelle au facteur $\rho \Delta z (1-\tau)$. Dans le cas du modèle à front plat, le coefficient de proportionnalité vaut 1, dans le cas du modèle elliptique, ce coefficient vaut $4/\pi$, soit environ 1,27 et, enfin, il vaut 1,5 dans le modèle parabolique, ce qui traduit une différence de hauteur entre le haut du cordon et la descente du piston encore plus importante que dans le cas elliptique. La modification des paramètres de mise en couche, conformément aux recommandations apportées par le modèle, a permis de réduire l'occurrence des frottements. Ceci semble donc justifier le caractère crucial du choix des paramètres de mise en couche. Après tout, les modèles permettent, en dehors de toute considération sur la densité de la construction, de répondre à la question « Pourquoi le procédé fonctionne-t-il ? ».

RÉFÉRENCES

- [BRE30] David Brewster, On the law of the partial polarization of light by reflexion, *Philosophical transactions*, (1830)
- [BEY88] E. Beyer, K. Behler and G. Herziger, Influence of laser beam polarisation in welding, *Proc. 5th Int. Conf. on Lasers in manufacturing*, Stuttgart, Germany, September, IFS, p 233–240 (1988)
- [CUL43] Professor Mac Cullagh , On the Laws of Metallic Reflexion, and on the Mode of Making Experiments upon Elliptic Polarization, *Proceedings of the Royal Irish Academy*, p. 375–395, (1843), [*](#)
- [EZE13] Pr. Shaoul Ezekiel - *Laser fundamentals I*, MIT Undertanding Lasers and Fiberoptics (17 Feb. 2010) - video MITOPENCOURSEWARE - consulté sur youtube en 2013 : <http://www.youtube.com/watch?v=rgivGZqFcfY> ; <http://www.youtube.com/watch?v=nR0LmJbcUxU> ; <http://www.youtube.com/watch?v=fXGBmExbuml> ; http://www.youtube.com/watch?v=0DCrIAxEv_Y
- [FEY87] Richard Feynman, *Lumière et matière, une étrange histoire*, InterÉditions, 1987
- [FUR07] Bryce Furlong, Sherie Motakef, *Scanning Lenses and Systems*, CVI Melles Griot, (2007), [*](#)
- [GAR86] V. P. Garashchuk, V. I. Kirsei and V. A. Shinkarev: Influence of the polarization of CO2 laser radiation on the geometric parameters of a molten region in welding of metals, *Sov. J. Quant. Electron.* 16, p 1660–1662, (1986)
- [GLA01] R. Glardon, N. Karapatis, V. Romano, Influence of Nd:Yag Parameters on the Selective Laser Sintering of metallic Powders, *CRIP Annals – Manufacturing Technology*, Vol. 50(1), 133-136, (2001)
- [GRÄ10] S. Gräf, Enhanced melt pool stirring in welding with dynamic polarised laser beam, *Science and Technology of Welding and Joining* 15-3, p 208-212, (2010)
- [GUP04] S.C. Gupta, *Textbook On Optical Fiber Communication And Its Applications*, PHI Learning Pvt.Ltd., (1 oct 2004)
- [GUS03] Andrey V. Gusarov, Jean-Pierre Kruth, *Mathematical simulation of radiation transfer in the powder bed: application to selective laser sintering*, 1st International Conference on Advanced Research in Virtual and Rapid Prototyping, (2003)
- [GUS10] A. V. Gusarov, I. Smurov, Radiation transfer in metallic powder beds used in laser processing, *Journal of Quantitative Spectroscopy & Radiative Transfer*, Vol. 111, 2517–2527, (2010)]
- [HO01] C.Y. Ho, P.S. Wei, Absorption in a paraboloid of revolution-shaped Welding or Drilling Cavity Irradiated by a Polarized Laser Beam, *Metallurgical and Materials Transactions B* 32B, p 603-2014, (août 2001)
- [HUH96] Huheey, Keiter & Keiter, Traduis de l'anglais par André Pousse et Jean Fischer, *Chimie inorganique*, De Boeck Université, p. 879-890, (1996), ISBN 2-8041-2212-7
- [HYD10] Milo W. Hyde, *Determining the index of refraction of an unkown object using passive polarimetric imagery degraded by atmospheric turbulence*, Air Force Institute of Technology, (2010)
- [JAC09] Olivier Jacquin, *TP 5 et 6 – Etude de la lumière polarisée (Partie n°1 et n°2)*, Université Joseph Fourier, CESIRE Plate-forme Optique, (2008-2009), [*](#)
- [KIT07] Rei Kitamura, Laurent Pillon, and Mirosław Jonasz, Optical constants of silica glass from extreme ultraviolet to far infrared at near room temperature, *Applied Optics*, Vol. 46, No 33, 2 November (2007)]
- [KRU03] J.-P. Kruth, X. Wang, T. Laoui and L. Froyen, Lasers and materials in selective laser sintering, *Assembly Automation*, Vol. 23, N° 4, 357-371, (2003)
- [LEM04] Clément Lemaignan, *Science des matériaux pour le nucléaire*, EDP Sciences, (2004), ISBN : 2-86883-672-0
- [MIL13] Dubravka S. Milovanović *et al.*, Titanium alloy surface modification by excimer laser irradiation, *Optics & Laser Technology*, 54, 419-427, (2013)
- [NIZ99] V. G. Niziev, A.V. Nesterov, Influence of Beam Polarization on Laser Cutting Efficiency, *Journal of Physics D Applied Physics* 32, p 1455-1461, (1999)

- [PAL98] Edward Palik, D. *Handbook of Optical Constants of Solids II*. Academic Press, Chestnut Hill, MA, (1998)
- [PAN98] C. N. Panagopoulos, A. E. Markaki, P.E. Agathocleous, Excimer laser treatment of nickel-coated cast iron, *Materials Science and Engineering A*, Vol 241, Issues 1-2, 226-232, (January 1998)
- [RAK95] Aleksandar D. Rakić. Algorithm for the determination of intrinsic optical constants of metal films: application to aluminum, *Appl. Opt.* 34, 4755-4767, (1995)
- [REF13] <http://refractiveindex.info/?group=METALS&material=Nickel>, consulté en 2013, *
- [ROB07] Yannick Robert, *Simulation numérique du soudage du TA6V par laser YAG impulsif : caractérisation expérimentale et modélisation des aspects thermomécanique associées à ce procédé*, Thèse dirigée par Georges Cailletaud et Élisabeth Aeby-Gautier, Science et génie des matériaux, École des Mines de Paris, (17 septembre 2007)
- [ROU01] A. Rousse, Suivre la danse des atomes in situ, *CNRS Info* n° 392, (Avril 2001)
- [SAT96] S. Sato, T. Kunimitsu and M. Bülent: Polarization effects of a high-power CO2 laser beam on aluminium alloy weldability, *J. Appl. Phys.* 79, p 8917–8919, (1996)
- [STE93] William M. Steen, *Laser Material Processing*, Springer-Verlag, (1993), ISBN 3-54-19670-6
- [STE10] William M. Steen, Jyotirmoy Mazumder, *Laser Material Processing, Fourth Edition*, Springer-Verlag, p166, (2010), ISBN 978-1-84996-061-8
- [STR13] A. Streek, P. Regenfuss, H. Exner, Fundamentals of Energy Conversion and Dissipation in Powder Layers during Laser Micro Sintering, *Physics Procedia*, Vol 41, 851-862, (2013)
- [TOL00] N. K. Tolochko, T. Laoui, Y. V. Khloplov, S. E. Mozzharov, V. I. Titov, M. B. Ignatiev, Absorptance of powder materials suitable for laser sintering, *Rapid Prototyping Journal*, Vol. 6(3), 155-16, (2000)
- [TWI13] *What is laser beam polarisation and is it important*, Site internet du TWI, <http://www.twi.co.uk/technical-knowledge/faqs/process-faqs/faq-what-is-laser-beam-polarisation-and-is-it-important/>, consulté en 2013
- [VIL11] Thomas Vilaro: *Fabrication directe de pièces aéronautiques et spatiales en Nimonic 263 et A360 par le procédé de fusion sélective par laser : approche thermique, microstructurale et mécanique*, Thèse en science et génie des matériaux dirigée par Yves Bienvenu, École nationale supérieure des mines de Paris, France, 2011
- [VIN14] Pierre Vinson, *Fabrication rapide et directe de pièces aéronautiques et spatiales au moyen d'un procédé additif et innovant : la fusion sélective par laser de lits de poudre métallique*, Thèse en Science et génie des matériaux dirigée par Yves Bienvenu, École nationale supérieure des mines de Paris, soutenance prévue en 2015, manuscrit confidentiel pendant 3 ans.
- [VON87] Martin von Allmen, *Laser-Beam Interactions with Materials, Physical Principles and Applications*, Springer-Verlag, (1987), ISBN 3-540-17568-7
- [WFO13] Wikipédia – article « Fibre optique », consulté en septembre 2013, *
- [WPO13] Wikipédia – article « Polarisation (optique) », consulté en octobre 2013, *
- [YAO13] Colin Yao - What is Multimode Optical Fiber ? consulté en mai 2013, *

Étude paramétrique sur Inconel 625

3. ÉTUDE PARAMÉTRIQUE SUR INCONEL 625.....	104
3.1. ANALYSE DES POUDRES.....	104
3.1.1. Morphologie	104
3.1.2. Granulométrie	106
3.1.3. Compacité.....	111
3.1.4. Analyse thermique différentielle	112
3.2. ÉTUDE PARAMÉTRIQUE.....	116
3.2.1. Irradiation « unidimensionnelle »	116
3.2.1.1. Conditions expérimentales	116
3.2.1.2. Irradiation laser sur alliage massif.....	118
3.2.1.3. Irradiation laser sur lit de poudre – substrat « froid ».....	120
3.2.1.4. Irradiation laser sur lit de poudre – substrat « chaud ».....	126
3.2.1.5. Considérations énergétiques et rendement du faisceau	128
3.2.2. Influence de l'écart-vecteur.....	134
3.2.2.1. Définitions.....	134
3.2.2.2. Conditions expérimentales	136
3.2.2.3. Résultats.....	136
3.2.2.4. Considération énergétique	146
RÉFÉRENCES.....	153

3. ÉTUDE PARAMÉTRIQUE SUR INCONEL 625

Après avoir analysé les paramètres opératoires du laser, expliqué le fonctionnement du procédé par l'intermédiaire des paramètres de mise en couche et décrit la façon dont le faisceau semble interagir avec la matière, il est temps d'observer le comportement du lit de poudre en situation réelle. À cette fin, le début du chapitre s'attarde sur la caractérisation des particules de poudre car certaines propriétés du lit de poudre dépendent des propriétés de chacune de ses parties. Il s'agit principalement d'une caractérisation morphologique, granulométrique et thermodynamique. La seconde partie du chapitre fait place à l'étude paramétrique, c'est-à-dire au comportement du lit de poudre en fonction des différents paramètres opératoires du procédé. Dans le cas présent, seuls les paramètres relatifs à l'irradiation laser seront modifiés. Cette étude paramétrique se découpe en deux volets : l'irradiation d'un cordon « unidimensionnel » et l'irradiation d'une surface. Les résultats de l'irradiation sur lit de poudre seront comparés à ceux obtenus après irradiation sur alliage massif pour proposer un mécanisme macroscopique d'absorption de l'onde électromagnétique par le lit de poudre et des pistes d'amélioration du procédé, en termes de rentabilité énergétique et de vitesse de fabrication.

3.1. ANALYSE DES POUDRES

3.1.1. Morphologie

La poudre d'Inconel 625 nécessaire à la fabrication par le procédé de fusion sélective par laser a été produite par atomisation à l'argon et sélectionnée pour la machine Phénix PM100 par l'un des partenaires du projet Merlin, l'industriel anglais *LPW Technology*.

La morphologie de la poudre est une caractéristique importante pour le procédé *SLM*. La *Figure 3.1* montre que la morphologie générale de ces particules est sphérique, typique de ce procédé d'élaboration. Les particules sphériques s'étalent plus facilement que des particules anguleuses. La morphologie sphérique peut donc être préférée pour le dépôt du lit de poudre. Il faut tout de même noter que si les particules sont trop exemptes de défauts elles auront tendance à glisser les unes sur les autres ce qui peut rendre difficile le dépôt, en particulier si le substrat sur lequel elles sont déposées est lisse.

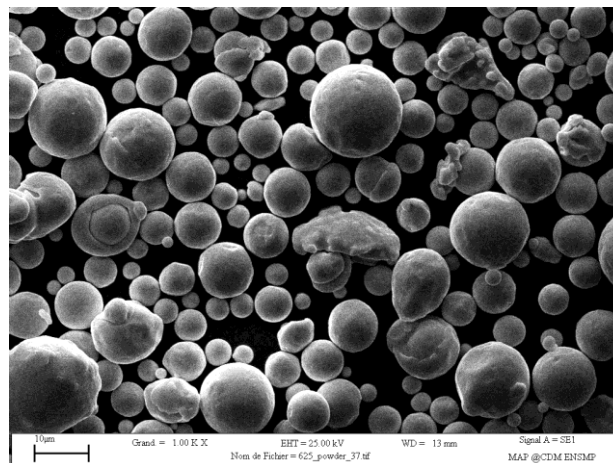


Figure 3.1 – Micrographie électronique d'une poudre de super alliage à base nickel (Inconel 625) élaborée par atomisation à l'argon. La barre d'échelle représente 10 µm.

La *Figure 3.2* présente certaines particules de poudre en détails. De manière générale les particules sont plutôt sphériques même si quelques défauts sont visibles.

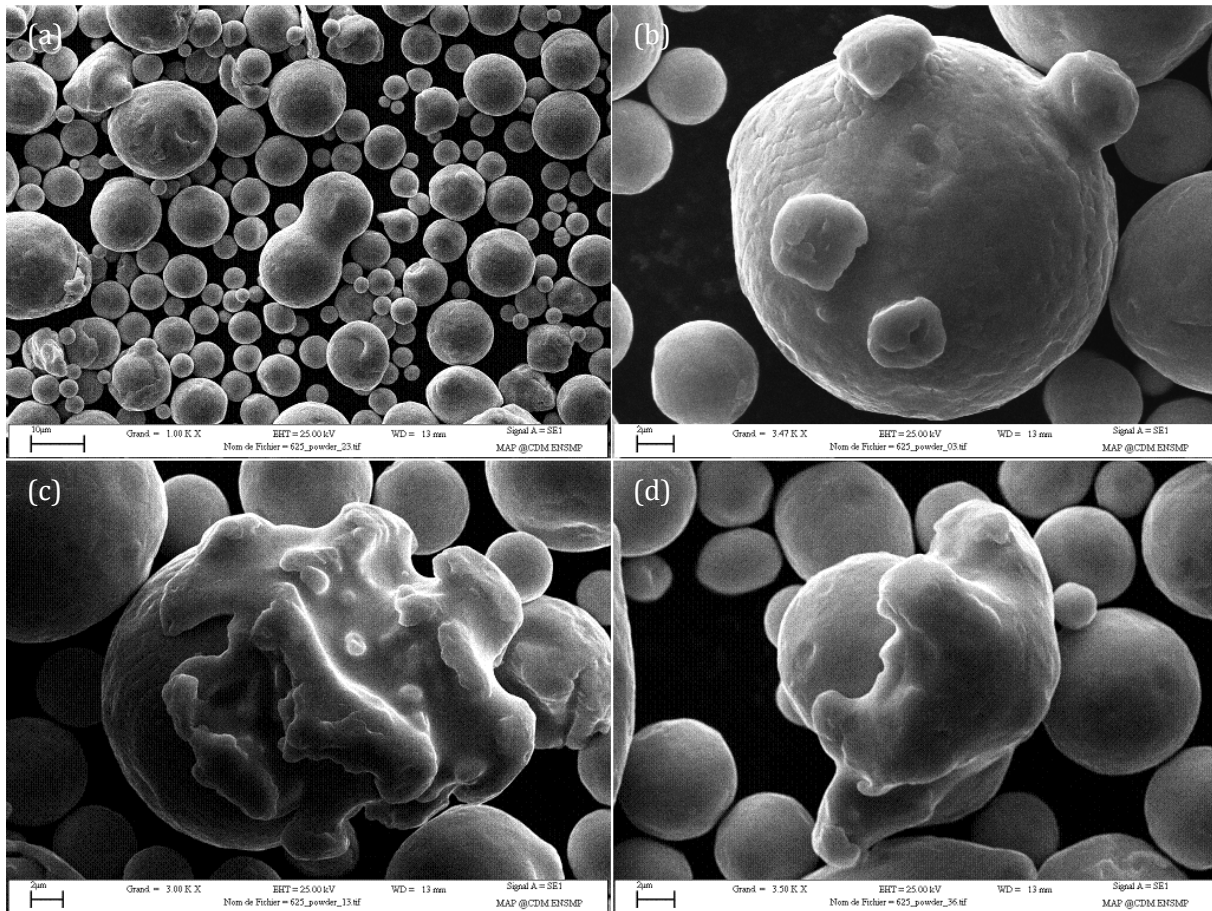


Figure 3.2 – Micrographies électroniques de la poudre d’Inconel 625 utilisée. (a) Aperçu de la morphologie générale de la poudre, (b) particule présentant des satellites, (c) et (d) particule phagocytée par un liquide qui semblait vouloir la recouvrir.

Dans la tour d’atomisation, le mouvement du gaz de refroidissement impose un mouvement tourbillonnaire aux gouttes de métal liquide tel que celles-ci peuvent s’entrechoquer à différents stades de leur solidification.

Lorsque deux gouttes de même taille, proches de la solidification, se rencontrent, celles-ci peuvent présenter une sorte de bi-pôle qui tourne et forme deux particules sphériques ou se fige auparavant comme le montre la micrographie (a).

La micrographie (b) indique que la poudre présente des « satellites ». Cette appellation traduit l’existence de petites particules qui se sont liées à la surface d’une plus grosse pendant le refroidissement.

Lorsqu’une goutte complètement solidifiée rencontre violemment une goutte encore liquide, le liquide est déformé. Il voit sa surface augmenter ainsi que, de manière corollaire, sa vitesse de refroidissement. La structure se fige à la surface de la particule déjà solide et celle-ci a l’air de subir une phagocytose comme l’indiquent les micrographies (c) et (d). Ce genre de particule est couramment appelé « *splat* ». Lorsque la rencontre est plus lente, le liquide peut avoir le temps d’épouser la forme sphérique de la particule. S’il y a suffisamment de liquide, la particule peut être entièrement recouverte. Elle est alors complètement phagocytée et fait partie intégrante d’une nouvelle particule. La seule façon de détecter ce genre de particule est d’effectuer une observation en coupe. Lorsque la quantité de liquide est trop faible pour enrober la particule, ou que la cinétique de solidification est trop importante, seule une partie de la particule se trouve recouverte. Une telle particule peut être vue dans le coin inférieur gauche de la micrographie (a) et dans la partie gauche de la Figure 3.1 (a). La micrographie de la Figure 3.2 (d) peut aussi, dans une certaine mesure, représenter ce type de défaut.

Enfin, la poudre présente quelques « agglomérats » qui sont principalement le résultat du collage de petites particules avec du liquide rapidement solidifié. Un tel agglomérat, un peu conique, est observable dans le coin supérieur droit de la Figure 3.1 (a).

3.1.2. Granulométrie

La détermination de la granulométrie de la poudre, c'est-à-dire la connaissance de la distribution statistique de la taille des particules est importante à de nombreux égards. Elle fixe tout d'abord la hauteur minimum du lit de poudre qui sera irradié dans la mesure où celui-ci doit être le plus homogène possible.

Ensuite, la taille des particules influence leur coulabilité. Des grosses particules s'écoulent plus facilement que des petites du fait de leur masse. La force de gravité s'oppose plus efficacement aux forces d'adhésion. Mais il est tout de même nécessaire d'avoir des petites particules pour combler au mieux possible l'espace entre les grosses sous peine d'avoir un lit de poudre peu compact et une pièce difficilement dense.

Enfin, la taille des particules doit être mise en relation avec la longueur d'onde utilisée pour l'irradiation laser dans l'hypothèse où un phénomène de diffusion des photons par les particules entre en jeu ou un phénomène de diffraction se manifeste du fait des dimensions de l'intervalle entre particules. Et si ces phénomènes apparaissent, dans quelles mesures influencent-ils le comportement du lit de poudre ? Toutefois, il reste encore très difficile d'apporter une réponse à cette question.

La distribution granulométrique de la poudre a été mesurée avec un granulomètre laser Malvern Mastersizer 3000 par voie sèche. Lorsque les particules de poudre passent devant le faisceau laser du granulomètre, elles diffusent plus ou moins la lumière en fonction de leur taille. Les spectres de diffusion permettent à l'appareil, par application de la théorie de Mie ou plus vraisemblablement de modèles mathématiques simplifiés et adaptées à la taille étudiée, de remonter à la taille des particules qui sont passées devant le faisceau. En quelques secondes, l'appareil peut effectuer 2000 mesures pour obtenir une statistique relativement fiable. Une description un peu plus détaillée du phénomène est donnée en Annexe B.

L'expérience a été répétée trois fois, pour un total de 6000 particules sondées, pour améliorer encore un peu la statistique. Les mesures expérimentales sont particulièrement reproductibles et le granulomètre donne la distribution granulométrique en volume. Les petites particules de la distribution possèdent un volume nettement plus faible que les grosses du fait de la relation cubique qui lie la taille et le volume. Ainsi, dans l'hypothèse où les petites particules étaient nombreuses, le volume total qu'elles représenteraient face aux quelques grosses particules serait, au mieux égal, au pire négligeable dans une telle distribution en volume. Pour rétablir l'importance de ces petites particules, il est préférable de tracer la distribution en nombre. Celle-ci peut être facilement obtenue en calculant le volume total de toutes les particules de poudre analysées et en identifiant le nombre de particules d'une taille donnée relativement à sa fraction volumique. En d'autres termes, pour des particules de taille X , le produit du nombre $N(X)$ et du volume $V(X)$ des particules de cette taille est égal au produit du volume total V_{tot} de l'échantillon et de la fraction volumique $f_v(X)$ des particules de cette taille. En langage mathématique :

$$N(X)V(X) = f_v(X) V_{tot} \quad (3.1)$$

Finalement, pour obtenir la fraction en nombre normalisée $f_n(X)$, il suffit de diviser $N(X)$ par son plus grand représentant.

$$f_n(X) = \frac{V_{tot}}{V(X) \max(N(X))} f_v(X) = \frac{f_v(X)/V(X)}{\max(f_v(X)/V(X))} \quad (3.2)$$

Ainsi la connaissance de la distribution en volume permet de déterminer la distribution en nombre et inversement. Le passage de l'une à l'autre nécessite tout de même de pouvoir calculer le volume des particules à partir de leur taille, ce qui est plus facile pour des particules sphériques. À partir de l'expression de la densité de probabilité d'une loi log-normale de paramètres μ et σ il est facile de tracer la courbe de distribution et d'ajuster les paramètres de telle sorte qu'elle se retrouve au plus près des points expérimentaux. Le calcul de la distribution en nombre, dont il est possible d'extraire les paramètres μ et σ , peut alors se faire sur l'ajustement de la distribution en volume. Cela permet d'obtenir une courbe continue. Il est, malgré tout, tout à fait possible d'utiliser simplement les points expérimentaux en volume pour calculer la position des points en nombre.

Les résultats normalisés du granulomètre, de l'approximation de la densité de probabilité en volume et du calcul de la densité de probabilité en nombre sont donnés sur la Figure 3.3 (a).

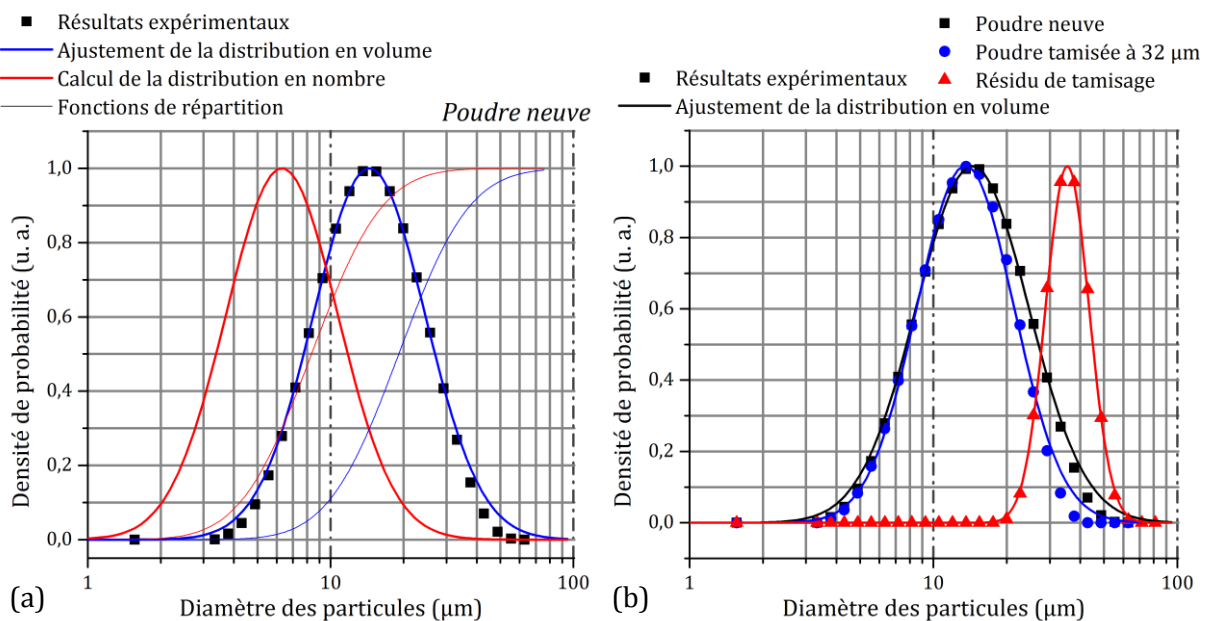


Figure 3.3 – Distribution granulométrique de la poudre d'Inconel 625. (a) Courbes de distribution en nombre et en volume pour la poudre neuve, assortie des fonctions de répartition. (b) Courbes de distribution en volume pour la poudre neuve, la poudre tamisée et le résidu de tamisage.

Le graphique montre que les particules de taille comprise entre 1 μm et 3 μm et représentant 6 % des particules dans la distribution en nombre sont quasiment occultées dans la distribution en volume. À l'opposé, les particules de diamètre supérieur à 20 μm et représentant 3% du nombre de particules, participent à 40 % du volume total de poudre. Quant aux particules de diamètre supérieur à 30 μm et qui participent à 15 % du volume total de poudre, elles sont aussi peu nombreuses, moins d'une sur deux cents. Elles peuvent toutefois être gênantes dans l'établissement d'un lit de poudre homogène dont l'épaisseur est comprise entre 40 μm et 60 μm. Elles peuvent aussi faciliter le phénomène de frottement du rouleau sur la surface consolidée. Afin d'éliminer ces particules, la poudre a été tamisée à 32 μm. Les distributions en volume de la poudre neuve, de la poudre tamisée et du résidu de tamisage sont données sur la Figure 3.3 (b).

En ce qui concerne la poudre neuve et la poudre tamisée, les résultats expérimentaux montrent une quasi-superposition des points sur la queue gauche de la distribution. Pour la queue droite, celle des grosses particules, la courbe de la poudre tamisée est moins étendue du fait du tamisage.

Bien que les mailles du tamis fussent de 32 μm, il semble que des particules de taille inférieures aient été retenues à hauteur de 26 % en volume (et 50 % en nombre). Ceci est

principalement attribué aux défauts des particules. Si une dimension de la particule est supérieure à 32 µm alors elle peut être retenue par le tamis. Mais cela ne l'empêche pas d'avoir aussi une dimension inférieure à 32 µm, dans une autre direction, qui sera détectée par le granulomètre au moment du passage devant le faisceau. En outre, les théories de la diffusion de la lumière, utilisées pour la granulométrie laser, sont essentiellement valables pour des particules parfaitement sphériques. En dehors de ce cadre, dès que les particules présentent des défauts, internes comme externes, comme c'est le cas ici, le spectre de diffusion est difficilement prévisible et son interprétation par la machine peut être erronée. Ainsi, les résultats perdent en fiabilité et amènent quelques artefacts expérimentaux. La présence importante des particules de taille inférieure à 30 µm dans le résidu de tamisage sera considérée comme l'un d'entre eux. La Figure 3.4 présente toutes les courbes relatives à la poudre tamisée.

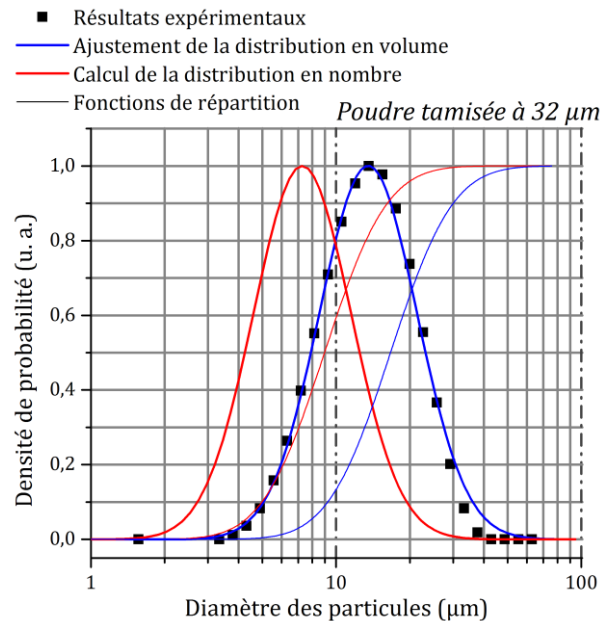


Figure 3.4 – Distribution granulométrique de la poudre d'Inconel 625 tamisée présentant à la fois la statistique en nombre et en volume assortie des fonctions de répartition.

Outre les représentations graphiques de la distribution granulométrique, il existe des paramètres statistiques permettant de caractériser une distribution, notamment log-normale. Les paramètres les plus utilisés sont les premier, cinquième et dernier déciles en volume, respectivement baptisés $Dv_{0,1}$, $Dv_{0,5}$ et $Dv_{0,9}$. Le cinquième décile en volume représente aussi le diamètre médian, c'est-à-dire celui qui coupe la distribution en deux parties de volumes égaux. Ces définitions et leurs valeurs sont transposables à la distribution en nombre. Il ne s'agit alors plus de décile en volume « Dv » mais de décile en nombre « Dn ».

Mais il existe d'autres grandeurs statistiques non moins intéressantes, qui permettent une caractérisation plus fine. Comme il l'a déjà été dit, la loi log-normale dépend de deux paramètres μ et σ tels que sa densité de probabilité $f(x = X)$, où X représente la variable « diamètre de particule » dans le cas présent, s'écrive :

$$f(x) = \frac{1}{x\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2}\frac{(\ln(x)-\mu)^2}{\sigma^2}} \quad (3.3)$$

Par définition, μ et σ sont respectivement la moyenne et l'écart-type du logarithme de la variable « diamètre de particule ». La connaissance de ces deux paramètres permet de déterminer d'autres grandeurs statistiques.

L'espérance $E(X)$ est, comme la moyenne, un paramètre de position. Elle indique la valeur moyenne de la taille de particule qui serait obtenue après mesure sur un nombre infini de particules. En d'autres termes, il s'agit d'une moyenne pondérée par la densité de probabilité.

$$E(X) = e^{\mu + \sigma^2/2} \quad (3.4)$$

Par opposition aux paramètres de position, la variance $Var(X)$ est un paramètre qui indique la dispersion de la variable autour de l'espérance. Il s'agit en fait de l'espérance du carré de l'écart entre la valeur de la variable et l'espérance de cette variable.

$$Var(X) = (e^{\sigma^2} - 1) e^{2\mu + \sigma^2} \quad (3.5)$$

L'écart-type est aussi un paramètre de dispersion. Il correspond à la racine carrée de la variance.

La médiane m est le paramètre de position qui permet de couper l'ensemble des valeurs possible de la variable en deux parties égales.

$$m = e^{\mu} \quad (3.6)$$

Le mode correspond à la valeur de la variable qui possède la probabilité d'occurrence la plus grande. Autrement dit, c'est la valeur la plus probable, soit le pic de la courbe.

$$f_{max}(X) = e^{\mu - \sigma^2} \quad (3.7)$$

Enfin, l'asymétrie As ou coefficient de dissymétrie est un paramètre de forme de la distribution.

$$As = (e^{\sigma^2} + 2) \sqrt{(e^{\sigma^2} - 1)} \quad (3.8)$$

Lorsque ce paramètre est positif, la queue de la distribution est plus étendue pour les valeurs hautes. Cela signifie qu'il y a plus de valeurs hautes possibles, mais que leur occurrence est plus faible. Lorsque ce paramètre est négatif, c'est la queue gauche qui est la plus étendue. Enfin, lorsque ce paramètre est nul, la courbe est parfaitement symétrique par rapport à son mode ou à sa médiane car dans ce cas ces deux grandeurs sont égales. La loi normale, la loi logistique, la loi du cosinus surélevé, la loi sécante hyperbolique ou encore la distribution de Laplace présentent toutes une asymétrie nulle.

Pour la loi log-normale, l'asymétrie est toujours positive, ce qui se voit particulièrement sur l'échelle linéaire de la Figure 3.5 (a). L'échelle semi-logarithmique est mal adaptée pour représenter l'asymétrie car son rôle est justement de faire passer la courbe pour une gaussienne comme l'indique la Figure 3.5 (b). Ainsi, dans la poudre testée, il y a beaucoup plus de petites particules que de grosses, ce qui explique le décalage de la distribution en nombre vers les petites tailles, par rapport à la distribution en volume. Ce facteur d'asymétrie permet de comparer plusieurs distributions. La Figure 3.5 présente différentes distributions log-normales de même paramètre μ mais avec différentes valeurs de σ de telle sorte que le facteur d'asymétrie change. L'augmentation de ce facteur montre bien le décalage de la distribution vers les petites valeurs. Lorsque l'asymétrie tend vers 0, les courbes du graphique montrent clairement une évolution vers une gaussienne. Le fait que le paramètre μ , pris égal à 2,194²⁰, soit constant pour toutes ces distributions indique qu'elles ont toutes la même médiane à 9 μm .

²⁰ Il s'agit de la valeur du paramètre μ déterminée pour la distribution en nombre de la poudre tamisée, extraite du Tableau 3.2 présenté plus loin.

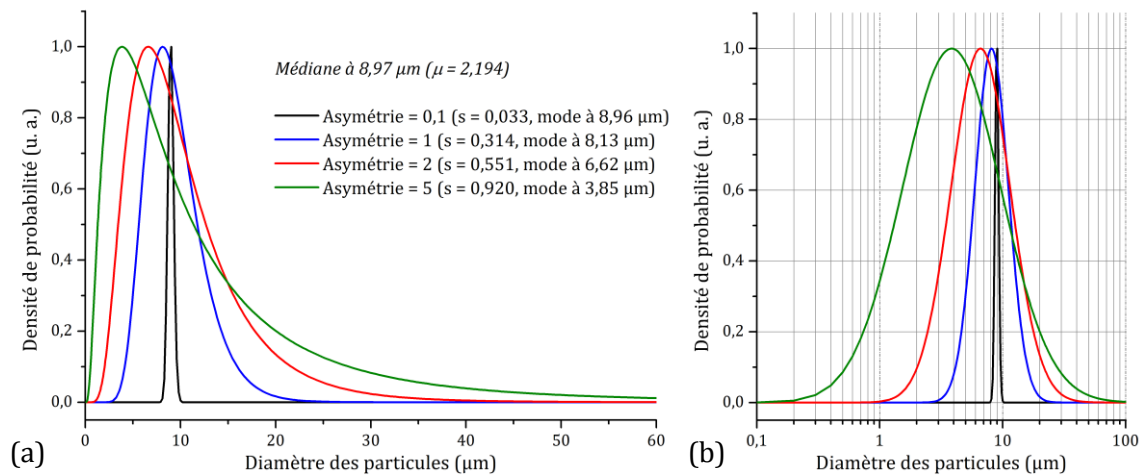


Figure 3.5 – Représentation de la distribution log – normale dans un repère (a) linéaire ou (b) semi-log pour différentes valeurs d’asymétrie mais une médiane fixe.

Pour décrire correctement une distribution log-normale, il est intéressant d’avoir au moins un paramètre de position, un paramètre de dispersion et un paramètre de forme. En effet, la connaissance de la variance et de l’asymétrie permet de compléter celle de la médiane. Comme la variance est une notion peu intuitive, il est possible de la remplacer par l’écart-type. Ces trois grandeurs permettent, au besoin, de remonter facilement aux paramètres μ et σ .

Les **Tableau 3.1** et **Tableau 3.2** présentent les différentes valeurs statistiques des distributions en volume et en nombre obtenues pour les trois poudres. Pour les paramètres μ et σ , le nombre de chiffres significatifs est important car ils apparaissent en tant qu’argument de l’exponentielle.

En volume	Poudre neuve	Poudre tamisée	Résidu de tamisage
μ	2,950	2,813	3,608
Σ	0,529	0,458	0,204
Espérance	22,0	18,5	37,7
Variance	156	80	60
Écart-type	12,5	8,9	7,8
Médiane	19,1	16,7	36,9
Mode	14,4	13,5	35,4
Asymétrie	1,89	1,56	0,63
$Dv0,1$	7,5	8,7	29,8
$Dv0,5$	13,6	16,1	39,5
$Dv0,9$	23,0	28,2	51,8

Tableau 3.1 – Tableau regroupant les différentes caractéristiques statistiques de la distribution en volume pour la poudre d’Inconel 625.

<i>En nombre</i>	Poudre neuve	Poudre tamisée	Résidu de tamisage
μ	2,122	2,194	3,484
Σ	0,530	0,458	0,204
<i>Espérance</i>	9,6	10,0	33,3
<i>Variance</i>	30	23	47
<i>Écart-type</i>	5,5	4,8	6,9
<i>Médiane</i>	8,35	8,97	32,59
<i>Mode</i>	6,3	7,3	31,3
<i>Asymétrie</i>	1,89	1,56	0,63
<i>Dn0,1</i>	4,24	4,98	25,09
<i>Dn0,5</i>	8,35	8,96	32,58
<i>Dn0,9</i>	16,5	16,1	42,32

Tableau 3.2 – Tableau regroupant les différentes caractéristiques statistiques de la distribution en nombre pour la poudre d’Inconel 625.

L'écart entre la médiane et le $Dv_{0,5}$ s'explique par le fait que la valeur de la médiane provient de l'ajustement de la courbe expérimentale tandis que la valeur du $Dv_{0,5}$ est donnée directement par le granulomètre. Il y a une légère différence entre la courbe expérimentale et la courbe ajustée qui transparaît sur la médiane.

Dans le cas de la distribution en nombre, la médiane est calculée par l'intermédiaire de l'équation (3.6) tandis que le $Dn_{0,5}$ provient de la fonction de répartition. Les résultats sont identiques car ils proviennent tous deux d'une même fonction mathématique.

Enfin, du fait de la linéarité de la transformation de la distribution en volume en celle en nombre, seul le paramètre de position μ est changé. Le paramètre de dispersion σ reste inchangé ainsi que, par voie de fait, le facteur d'asymétrie.

Lors d'une mesure de la taille des particules par analyse d'images à l'aide de micrographies optiques ou électroniques, la distribution obtenue est la distribution en nombre. Cette méthode est fastidieuse pour obtenir une statistique suffisante. Elle a été utilisée à la fois pour la poudre d'Inconel 625 et celle d'Inconel 738. Les résultats sont présentés dans l'annexe C ainsi que la méthode employée pour déterminer proprement la densité de probabilité en nombre depuis ces mesures.

La poudre qui sera utilisée pour l'étude paramétrique et la fabrication est une poudre dont la taille modale est de 7,3 μm , la taille médiane est de 9 μm et dont la distribution log-normale en nombre présente un écart-type de 4,8 μm et une asymétrie de 1,56. Les particules ont, à 80 %, une taille comprise entre 5 μm et 16 μm .

3.1.3. Compacité

Des mesures de compacité de la poudre ont été effectuées pour estimer dans quelle mesure le lit de poudre pouvait être compact.

Pour ce faire, une éprouvette a été pesée avec une balance précise au dixième de gramme. Cette éprouvette a été ensuite remplie d'eau distillée puis de nouveau pesée pour en déduire la masse d'eau puis le volume total de l'éprouvette. Après séchage, de la poudre a été introduite dans l'éprouvette selon deux modes opératoires. Le premier consiste à verser doucement la poudre dans l'éprouvette de manière à remplir cette dernière sans chercher une densité importante. Le deuxième mode opératoire consiste à verser quelques millilitres de poudre puis à tasser le tout en tapotant la base de l'éprouvette sur la table de travail. Après pesage des éprouvettes pleines de poudre, et en connaissant la densité de l'alliage, il est possible de remonter au volume total d'alliage présent dans l'éprouvette. Par comparaison avec le

volume total de l'éprouvette, il est possible d'obtenir la « compacité versée » et la « compacité tassée » de la poudre. La compacité versée s'apparente à la compacité minimale que peut avoir la poudre tandis que la compacité tassée représente plutôt la valeur maximale. Les mesures ont été répétées trois fois.

Le **Tableau 3.3** donne les valeurs des compacités versée et tassée avant puis après tamisage de la poudre.

	Poudre neuve		Poudre tamisée	
	Moyenne	Écart-type	Moyenne	Écart-type
<i>Compacité versée</i>	53,3%	0,45%	50,6%	0,61%
<i>Compacité tassée</i>	61,2%	0,51%	63,9%	0,36%

Tableau 3.3 – Résultats des mesures de compacité versée et tassée pour la poudre avant et après tamisage.

Les résultats indiquent que la compacité évolue entre 0,5 et 0,64. Ainsi, le lit de poudre posséderait une compacité comprise entre ces deux valeurs. Du fait qu'aucune donnée ne puisse permettre d'affirmer qu'à l'issue de l'étape de compactage la compacité du lit de poudre est plus grande, ces résultats expliquent les valeurs prises pour ρ dans la modélisation du procédé. En outre ces valeurs sont assez typiques.

Il est à noter que la compacité versée de la poudre non tamisée est supérieure à celle de la poudre tamisée. Ceci s'explique justement par le déficit en grosses particules dans la poudre tamisée. Ces grosses particules permettent d'obtenir une poudre plus fluide, moins collante. Après versement de la poudre tamisée dans l'éprouvette, le collage des particules peut plus facilement créer des pièges à l'air macroscopiques. Ces pièges ne seront pas détruits par l'ajout de nouvelles particules. Il faut la présence de grosses particules, plus sensibles à la gravité qu'aux forces d'adhésion pour détruire ces pièges ou simplement empêcher leur formation. En d'autres termes, la poudre tamisée emprisonne de l'air sous forme de cavité ; sa compacité est plus faible.

Pour la compacité tassée, l'énergie apportée à l'éprouvette sous forme de vibration lors du tassage permet aux pièges à air de se détruire. Les liaisons d'adhésion entre particules sont rompues. La poudre peut plus facilement occuper tout l'espace, c'est pourquoi la compacité est plus importante. L'écart présent entre la poudre neuve et la poudre tamisée traduit un meilleur équilibre entre grosses et petites particules. Il ne s'agit plus d'un effet de taille mais d'un effet de la forme de la distribution.

3.1.4. Analyse thermique différentielle

Des échantillons de poudres de moins de 0,5 g ont été soumis à une analyse thermique différentielle afin d'obtenir des informations sur la transformation de la poudre au chauffage et au refroidissement, c'est-à-dire de connaître les transitions de phases, et pour déterminer certaines grandeurs thermodynamiques comme la température de fusion de l'alliage (liquidus) et la chaleur latente de fusion. Pour des raisons d'appareillage, il n'a pas été possible de faire des mesures de capacité calorifique, mais cette quantité peut se calculer car l'air emprisonné a une capacité négligeable.

Les analyses ont été effectuées dans une machine Setaram TG/DTA 92-16.18. Chaque échantillon a été soumis à deux cycles successifs de chauffe puis refroidissement depuis la température ambiante jusqu'à 1500 °C avec une rampe de température de 10 K/min pour l'ensemble de l'essai. Les échantillons étaient placés sous un balayage d'argon de 3 L/h.

Le premier cycle de chauffe permet d'observer l'évolution de l'alliage métastable après atomisation, tandis que le second montre l'état standard de l'alliage après un refroidissement à

l'équilibre thermodynamique, dans la mesure où un refroidissement à 10 K/min peut être considéré comme un refroidissement infiniment lent.

La Figure 3.6 présente le thermogramme obtenu à l'issue de l'essai sur la poudre atomisée.

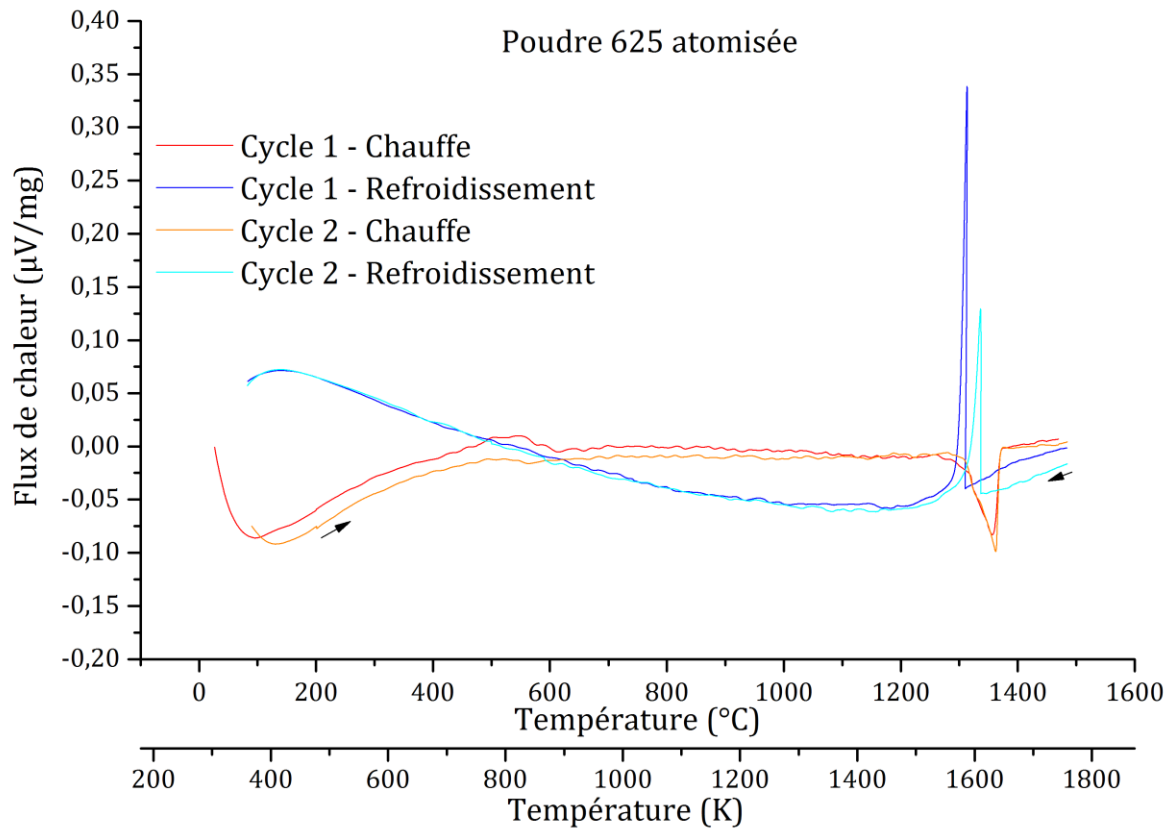


Figure 3.6 – Thermogramme de la poudre d'Inconel 625 élaboré par atomisation à l'argon, entre la température ambiante et 1500 °C.

Les deux cycles présentent un point d'inflexion. Celui-ci est situé à 600 °C pour le premier cycle et un peu en dessous pour le second. Cet événement traduirait la réaction de l'alliage avec l'azote contenu dans la poudre. L'azote n'a toutefois pas été quantifié pour valider cette hypothèse.

Il est aussi à noter que pour le chauffage du premier cycle, la courbe montre un petit événement exothermique entre 500 °C et 600 °C, d'intensité supérieure à celui présent au second cycle. Il s'agirait là d'un retour à l'équilibre de la poudre. En effet, lors de l'atomisation, la vitesse de refroidissement de la poudre est évaluée entre 10^4 K/s et 10^5 K/s [DUF82][FRE93][ROY14]. Cela fige la structure de la poudre, laquelle se retrouve alors dans un état hors équilibre. Lorsque de l'énergie thermique est fournie à l'alliage, celui-ci peut retourner dans son état d'équilibre dès 500 °C. L'étude sur la poudre d'Inconel 738 donnera plus de détails sur cet effet. Le thermogramme reste ensuite sensiblement plat jusqu'à la fusion de l'alliage qui présente un solidus à 1265 °C et un liquidus à 1372 °C.

La courbe du refroidissement est assez simple ; elle ne présente que le pic de cristallisation de l'alliage.

Outre l'événement autour de 600 °C, la seconde courbe de chauffe est identique à la première avant la fusion qui débute à 1282 °C et termine à 1372 °C.

Enfin, le second refroidissement ne présente d'intéressant que le pic de cristallisation. Celui-ci semble apparaître bien plus tôt que pour le premier refroidissement. L'Inconel 625 est, comme le nickel, sujet à un certain retard à la solidification, c'est-à-dire qu'il peut oublier de se

solidifier après être passé en dessous de sa température de cristallisation. Avec l'augmentation de la surfusion la germination devient plus probable et les grains formés finissent par se stabiliser et croître. Dès que les grains sont stables, le dégagement de la chaleur latente induit une remontée de la température. Une fois tous les grains possibles formés, la température diminue à mesure que la cristallisation se poursuit. Le retard à la solidification est aléatoire, c'est-à-dire que la température réelle de solidification varie d'un essai à l'autre, et le fait qu'elle fut plus grande dans le second refroidissement ne traduit aucun phénomène particulier. La forme du pic de cristallisation due à la surfusion est présentée sur la [Figure 3.7](#). L'existence de cette surfusion pour un alliage *chargé* signifie que la poudre et le creuset ne contiennent pas d'impuretés germinantes.

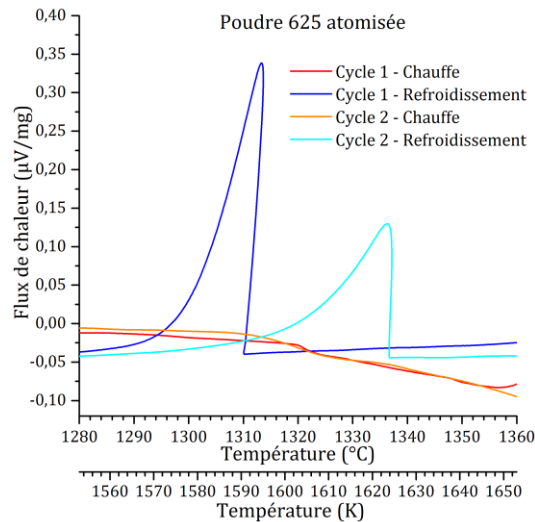


Figure 3.7 – Thermogramme de la poudre d'Inconel 625 élaborée par atomisation à l'argon, entre 1200 °C et 1400 °C, illustrant le retard à la solidification.

Le même cycle d'analyse thermique différentielle a été appliqué à un morceau d'alliage élaboré par fonderie. La [Figure 3.8 \(a\)](#) ne montre pas d'événement exothermique entre 400 °C et 600 °C contrairement à la poudre. Cela signifie que l'alliage élaboré par fonderie refroidit suffisamment lentement pour être dans un état thermodynamiquement stable. Il peut aussi être noté que c'est maintenant le second cycle de refroidissement qui présente un retard à la solidification plus important, appuyant son caractère aléatoire. Hormis ces deux différences, le thermogramme de l'alliage de fonderie présente le même comportement que celui des particules de poudre atomisées.

Par anticipation, le thermogramme de l'inconel 625 élaboré par SLM est aussi présenté sur la [Figure 3.8 \(b\)](#). Il est sensiblement identique à celui de la poudre.

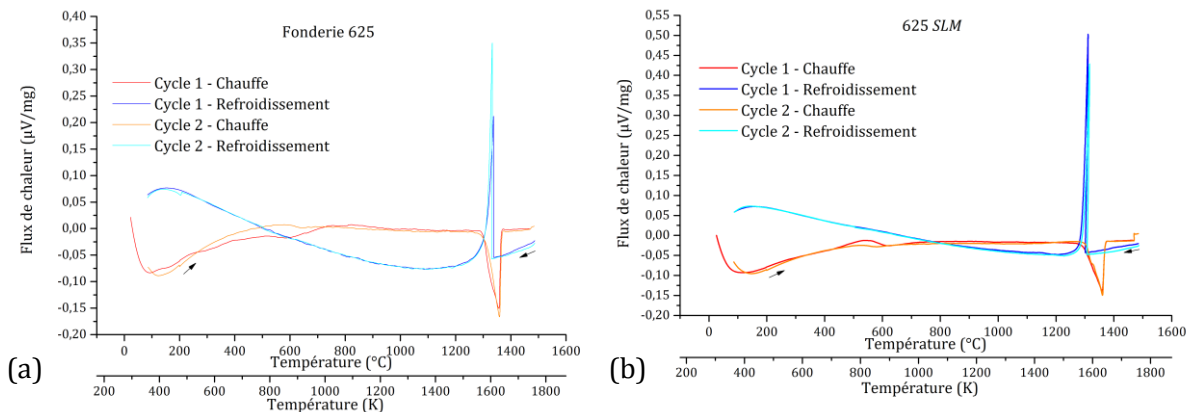


Figure 3.8 – Thermogramme d'Inconel 625 élaboré par fonderie, entre la température ambiante et 1500 °C.

L'enthalpie de *relaxation* des matériaux hors équilibre thermodynamique, ainsi que l'enthalpie de fusion de l'alliage peuvent être déterminées d'après les thermogrammes. En effet, l'enthalpie est proportionnelle à l'aire du pic [COU87]. La constante de proportionnalité est toutefois difficile à évaluer, d'autant qu'elle varie avec la température et même avec la canne porte-échantillon du dispositif d'ATD. Cette difficulté peut être surmontée en mesurant l'aire d'un pic produit par une transition dont l'enthalpie est précisément connue, dans une gamme de température similaire à celle du pic à étudier. Après calibration, une simple loi de proportionnalité permet de déterminer l'enthalpie inconnue. L'enthalpie de relaxation a été calibrée à l'aide du pic de fusion de l'aluminium pur entre 650 °C et 700 °C et valant 397 kJ/kg (10,71 kJ/mol) [LID07]. Pour le pic de fusion, c'est le nickel pur qui a servi de calibration entre 1440 °C et 1480 °C avec une enthalpie de fusion de 298 kJ/kg (17,48 kJ/mol) [LID07]. Les résultats du calcul des enthalpies de transformation pour les différents états métallurgiques de l'Inconel 625 sont donnés sur la Figure 3.9. Les valeurs d'enthalpie de fusion pour l'alliage de fonderie et l'alliage élaboré par SLM sont en adéquation avec les valeurs traditionnelles des superalliages à base nickel. Par contre, l'enthalpie de fusion de la poudre est assez faible, mais cette faible valeur reste reproductible. Cette faible valeur est attribuée à un mauvais contact de la poudre avec le fond du creuset.

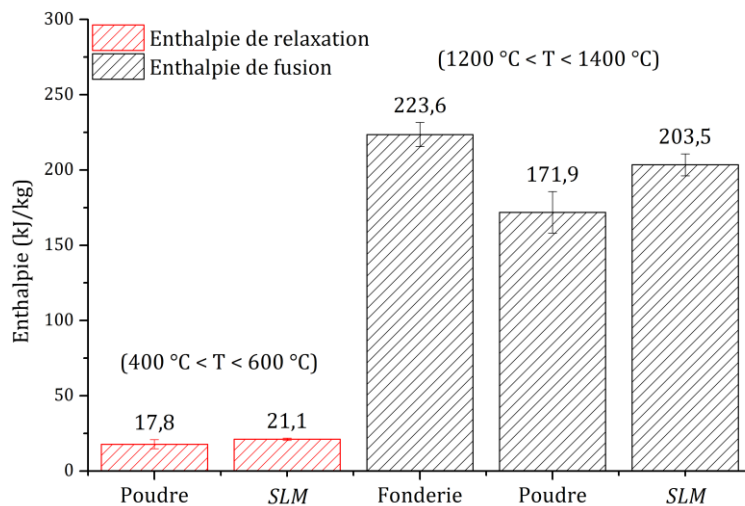


Figure 3.9 – Regroupement des mesures d'enthalpie de relaxation et d'enthalpie de fusion pour les différents états métallurgiques de l'Inconel 625.

3.2. ÉTUDE PARAMÉTRIQUE

3.2.1. Irradiation « unidimensionnelle »

3.2.1.1. Conditions expérimentales

La première partie de ce travail a consisté à effectuer un marquage laser directement sur un substrat massif en Inconel 625. Il s'agit de balayer la surface du substrat selon un segment droit de quelques millimètres. Ainsi est formé un cordon rectiligne, « unidimensionnel » dans le sens où la largeur du cordon n'est pas un paramètre opératoire, au contraire de la longueur du cordon. Ce type de cordon sera, par la suite, appelé « monocordon ».

Quatre puissances de faisceau laser ont été étudiées (en W : 39, 79, 120, 154²¹) pour dix vitesses de balayage (en mm/s : 50, 100, 150, 200, 250, 300, 400, 500, 750 et 1000).

Avant irradiation laser, le substrat a été sablé avec des particules de corindon dont la taille est de 300 μm ce qui lui confère une rugosité d'environ 3 μm ²². Après découpe selon un plan perpendiculaire à la direction d'irradiation, puis polissage et attaque chimique à l'eau régale (1/3 HNO_3 , 2/3 HCl) ou attaque électrolytique au sulfate de cuivre, la largeur et la profondeur de la zone fondue a été mesurée, ainsi que la surface de la section fondue pour tous les cordons. Chaque couple puissance-vitesse a été reproduit trois fois pour tripler les mesures et évaluer la reproductibilité des résultats.

La seconde partie du travail concerne l'étude paramétrique du procédé *SLM* en irradiant, non plus un substrat massif, mais un lit de poudre. Seules les vitesses 400 mm/s et 750 mm/s n'ont pas été reproduites, et les puissances utilisées sont identiques aux précédentes.

Pour l'ensemble de la fabrication, l'épaisseur de couche a été fixée mécaniquement à 30 μm , et l'abaissement du piston de fabrication est de 50 μm pour un taux de compactage nul. D'après le modèle à front elliptique sans retrait, la valeur asymptotique de l'épaisseur du lit de poudre à fondre est comprise entre 40 μm et 50 μm pour une densité apparente comprise entre 50 % et 60 %. La valeur calculée par le modèle correspond au maximum du cordon, il s'agit donc d'une épaisseur minimale de lit de poudre.

Afin que cette étude reflète au mieux les conditions internes à la fabrication, les cordons de fusion ont été construits à la suite de la fabrication d'un substrat *SLM* sur un substrat massif. En d'autres termes, des paramètres ont été trouvés²³ pour consolider 26 couches de poudres sur un substrat massif. Ces 26 couches se présentent alors comme un nouveau substrat pour la 27e couche, qui est celle des cordons de l'étude paramétrique.

La construction de ce substrat intermédiaire permet de s'affranchir d'un certain nombre d'incertitudes. En effet, il a été vu, d'après le modèle de consolidation, qu'avant la consolidation d'environ 10 couches, la hauteur ajoutée à chaque nouvelle couche est supérieure à la précédente. Autrement dit, le procédé n'est mécaniquement pas stable avant une dizaine de couches.

Cet intermédiaire permet aussi de prendre en compte, dans une certaine mesure, la mise en température du substrat. Pendant la construction, la dernière couche irradiée n'est pas à

²¹ Pour définir la puissance laser voulue, il est nécessaire d'indiquer au logiciel de traitement un pourcentage de la puissance maximum autorisée. Seule une valeur entière de pourcentage est acceptée par le dispositif. La calibration du laser ne permettait pas d'obtenir de valeur plus « rondes ».

²² Pour le détail, la rugosité arithmétique R_a vaut 2,92 μm , la rugosité quadratique R_q vaut 3,76 μm , la rugosité totale R_t vaut 31,5 μm , la hauteur maximum de saillie R_p vaut 6,65 μm , la profondeur maximum des creux R_v vaut 12 μm , la hauteur maximale du profil R_z vaut $R_p + R_v = 18,65 \mu\text{m}$, la hauteur moyenne des profils vaut $R_c = 9,36 \mu\text{m}$, le facteur d'asymétrie (*skewness*) du profil R_{sk} vaut -0,780 μm et le facteur d'aplatissement (*kurtosis*) R_{ku} vaut 4,2 μm . Les mesures ont été effectuées à l'aide d'un profilomètre laser sur une surface de plusieurs millimètres carrés. Le calcul des paramètres est fait par l'instrument à partir des profils extraits de la surface analysée, selon la norme internationale ISO 4287.

²³ Il s'agit des premiers paramètres essayés, au hasard, qui assuraient la possibilité de construire plusieurs couches. Aucun objectif de densité n'était recherché lors de l'utilisation de ces paramètres.

température ambiante. Évidemment, la température des couches précédentes dépend de la puissance et de la vitesse de balayage du laser et évoluerait donc différemment pour chaque jeu de paramètres. En outre, le nombre de segments à marquer ainsi que leur étendue induit un délai supplémentaire avant la construction de la couche suivante. Ainsi, la mise en place d'un substrat unique pour tous les jeux de paramètres ne permet pas d'être représentatif de l'ensemble des essais, mais il est possible de construire plusieurs substrats dont les paramètres de fabrication sont différents et induisent une température de surface différente.

Toutefois l'intérêt le plus important de cette construction préalable est celui de la planéité du substrat. Le plateau massif sur lequel est déposée la première couche consolidée peut souffrir d'un défaut de planéité et de parallélisme avec le système de dépôt de poudre. Certaines zones peuvent être recouvertes d'une épaisseur plus importante de poudre tandis que d'autres en sont plus ou moins dépourvues. Il est illusoire de croire que la construction permet de totalement aplanir la surface, mais cette planéité relative est au moins caractéristique du procédé après un certain nombre de couches²⁴. C'est pour ces trois raisons qu'un substrat intermédiaire de 26 couches a été construit pour supporter les cordons de l'étude paramétriques.

Pour l'étude des monocordons sur lit de poudre, deux différents jeux de paramètres ont été utilisés pour observer l'effet de la température et de la planéité du substrat. Le premier type de substrat a été construit avec une puissance de 50 W, une vitesse de balayage de 500 mm/s pour un écart vecteur de 60 μm . L'écart vecteur du second substrat est identique mais la puissance choisie est de 90 W pour une vitesse de balayage de 150 mm/s. L'effet de la température du substrat n'a pas été directement étudié pour l'étude des écarts-vecteurs, mais le chapitre suivant en dira quelques mots.

Les mêmes longueurs ont été mesurées que pour l'étude sur alliage massif, à ceci près que la hauteur de fusion a été divisée en deux : la hauteur apparente et la profondeur fondue. La somme des deux constitue la hauteur du bain de fusion. Ces grandeurs sont représentées sur la Figure 3.10.

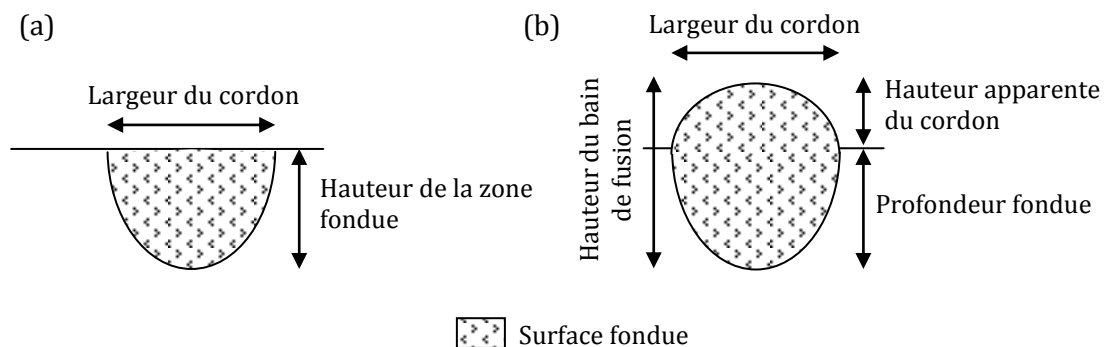


Figure 3.10 – Représentation schématique des cordons de matière après irradiation laser sur (a) matériau massif et (b) lit de poudre qui illustre la nomenclature des différentes longueurs mesurées.

²⁴ En même temps que les questions de la température et de la planéité du substrat, il y a celle de son état de surface, c'est-à-dire de la morphologie que présente la succession contiguë des monocordons. Là encore, cet état morphologique dépend des paramètres choisis pour la construction. Il n'est donc caractéristique de la fabrication que pour les paramètres utilisés dans la fabrication du substrat intermédiaire.

Pour profiter au mieux des graphiques qui vont suivre, il est préférable d'avoir une version couleur du document.

3.2.1.2. Irradiation laser sur alliage massif

La Figure 3.11 montre la section droite de la zone fondue pour une vitesse de balayage de 750 mm/s et pour les quatre puissances utilisées. Il est assez clair que l'augmentation de la puissance induit une zone de fusion plus importante et que les grandeurs largeur et profondeur augmentent.

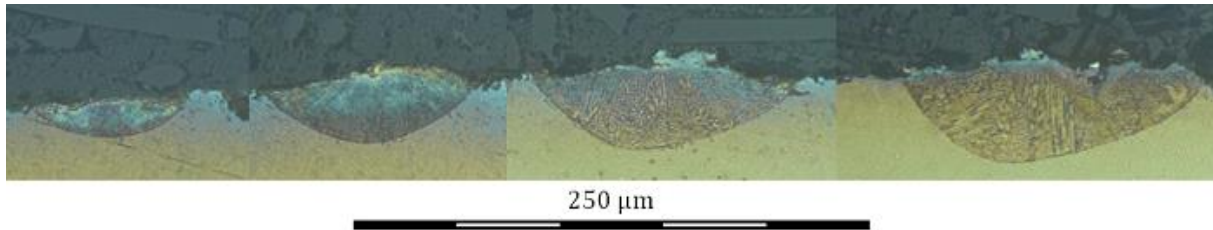


Figure 3.11 – Cordon de fusion après un balayage laser à 750 mm/s pour une puissance, de gauche à droite, de 39 W, 79 W, 120 W et 154 W.

Lors d'une irradiation laser, la fusion du matériau métallique peut se faire selon deux modes. Le premier est dit « limité par conduction » et existe lorsque la densité de puissance est insuffisante pour engendrer la vaporisation du métal. Le bain de fusion est alors plus large que profond. C'est le cas des exemples donnés sur la Figure 3.11. Les procédés industriels de traitement de surface, comme le marquage laser ou la fonctionnalisation de surface utilisent ce mode.

Le second mode, utilisé en soudage ou en perçage laser, est le mode « en trou de serrure » (*keyhole*). Dans ce mode, l'énergie linéique est suffisante pour autoriser localement l'évaporation du matériau. La pression de la vapeur repousse le métal liquide sur les bords ce qui permet la formation d'un capillaire de vapeur métallique que le faisceau laser peut emprunter pour mieux transmettre son énergie et progresser dans la matière. La puissance du faisceau diminue avec la profondeur de pénétration ce qui permet de stabiliser la profondeur du capillaire, ou du trou de serrure. Les mouvements du bain liquide et la rapidité de la solidification sont tels que, pour une irradiation très importante, le fond du capillaire peut présenter une cavité sensiblement sphérique résultant du piégeage d'un nuage de vapeurs métalliques dans le bain de fusion. [CAZ94][STE91] Généralement, dans ce mode, le bain de fusion est plus profond que large. La Figure 3.12 donne un exemple du profil de la section fondue par ce mode.



Figure 3.12 – Cordon présentant la forme caractéristique d’une absorption du faisceau par le mode en trou de serrure et justifiant l’appellation (irradiation sur Inconel 738). La largeur du cordon est d’environ 250 μm et sa profondeur est d’environ 300 μm .

La Figure 3.13 présente les évolutions de la largeur de cordon et de la profondeur de la zone fondue pour les différents cordons en fonction de la vitesse de balayage. Il apparaît nettement que ces deux grandeurs évoluent dans le même sens. L’augmentation de la puissance laser agrandit à la fois la largeur de cordons et la profondeur de la zone fondue. La diminution de la vitesse de balayage a le même impact.

Une façon de calculer l’énergie apportée au matériau est de considérer l’énergie linéique, c’est-à-dire le rapport de la puissance et de la vitesse de balayage, exprimée en J/m. L’augmentation de la puissance et la diminution de la vitesse de balayage participent à augmenter l’énergie fournie.

En effet, pour une puissance donnée, plus la vitesse de balayage est faible (respectivement importante), plus la distance parcourue par le laser est courte (respectivement longue) dans un même intervalle de temps. L’énergie reçue localement est donc plus faible lorsque le balayage est rapide.

Pour une vitesse de balayage donnée, il est évident que l’énergie apportée par le faisceau laser augmente avec la puissance de celui-ci. Les Figure 3.13 et Figure 3.14 permettent d’apprécier l’effet de chacun de ces deux paramètres.

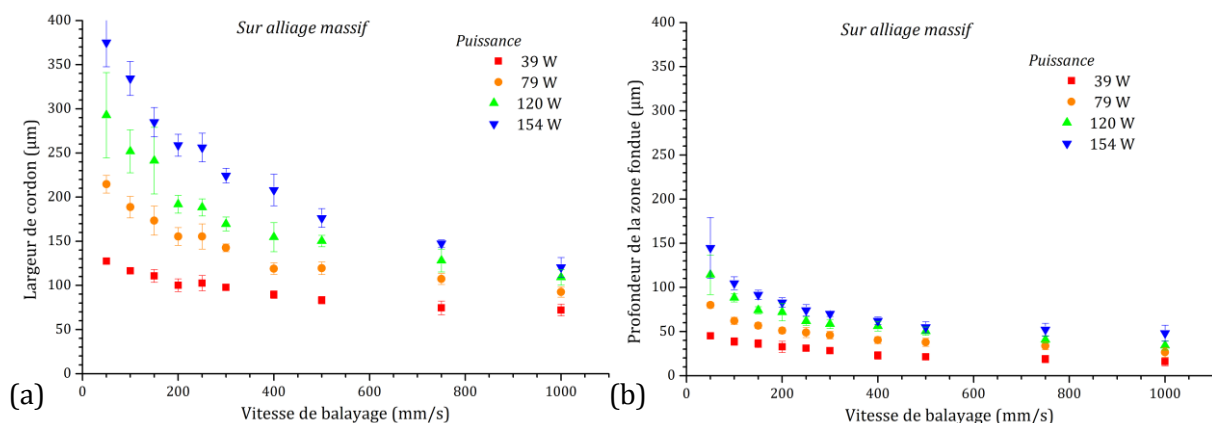


Figure 3.13 – Évolution de la largeur (a) et de la profondeur (b) de la zone fondue en fonction de la vitesse de balayage du faisceau pour différentes puissances. Résultats obtenus par irradiation sur alliage massif en répétant chaque expérience trois fois.

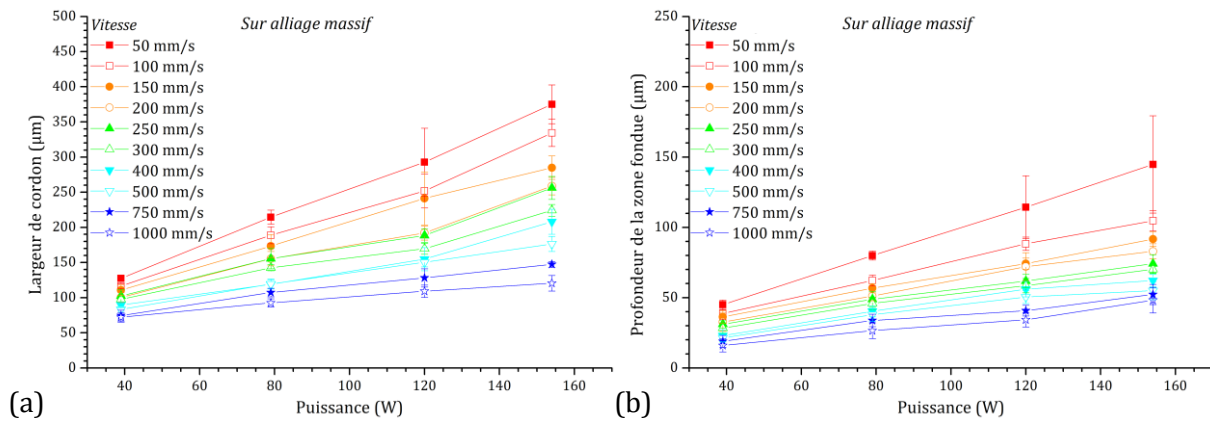


Figure 3.14 – Évolution de la largeur (a) et de la profondeur (b) de la zone fondue en fonction de la puissance laser pour différentes vitesses de balayages. Résultats obtenus par irradiation sur alliage massif en répétant chaque expérience trois fois.

Finalement, l'évolution des dimensions du bain de fusion se conçoit bien : plus l'énergie apportée au matériau est importante, plus la zone de fusion est grande, toutes choses égales par ailleurs. L'augmentation du diamètre apparent de fusion du faisceau avec la puissance participe aussi, dans une certaine mesure, à augmenter ces dimensions.

Il peut être remarqué, sur la Figure 3.13, que la largeur et la profondeur semblent atteindre une valeur asymptotique pour les grandes vitesses de balayage. Pour 39 W, la largeur asymptotique est estimée à 70 μm qui est le diamètre du faisceau déterminé par l'analyseur de faisceau. Enfin, il est à noter que pour toutes les puissances, la largeur du cordon est toujours supérieure à sa profondeur. Cela signifie que la fusion du substrat est toujours limitée par conduction.

3.2.1.3. Irradiation laser sur lit de poudre – substrat « froid »

La Figure 3.15 présente les cordons obtenus après irradiation laser sur lit de poudre. Le substrat préalable a été fabriqué avec le premier jeu de paramètres mentionné précédemment : une puissance de 50 W et une vitesse de balayage de 500 mm/s pour un écart vecteur de 60 μm. Certains cordons semblent mal marqués ou discontinus ce qui les rend difficilement distinguables. Ceux-ci sont observés pour une vitesse de balayage supérieure ou égale à 300 mm/s.

Dans ce cas, l'énergie apportée par le laser n'est pas suffisante pour fondre le substrat sous le lit de poudre. Il se forme une ligne d'alliage liquide à la surface du substrat. Il s'opère alors une compétition entre la pression capillaire induite par la courbure azimutale (dans le plan perpendiculaire à l'axe du cylindre), qui est déstabilisante, et la pression capillaire induite par la courbure axiale (dans le plan suivant l'axe du cylindre), qui est stabilisante pour les courtes longueurs d'onde et qui provoque la déstabilisation de la couche liquide. Cette déstabilisation semble être uniquement pilotée par la tension de surface et aboutit à la formation d'un chapelet de gouttelettes uniformément espacées (*balling*). Ce phénomène est bien décrit et mis en équation pour des géométries de liquide axisymétrique, c'est-à-dire cylindrique. L'apparition de ces gouttelettes traduirait donc une fusion du substrat nulle ainsi qu'un mouillage du liquide très faible sur son solide. Des effets dynamiques de convection et de viscosité dus aux variations de température peuvent participer à la limitation du mouillage.

Lorsque l'énergie laser parvient temporairement au substrat, du fait par exemple d'une quantité de poudre localement plus faible ou de l'idiosyncrasie de la polarisation et des réflexions multiples, la physique du cordon est modifiée et une ligne continue se forme. Pour certains couples puissance-vitesse de balayage, la fusion du substrat peut apparaître mais l'énergie apportée n'est pas suffisante pour assurer cette fusion pendant toute l'irradiation. Il résulte de ce phénomène une alternance plus ou moins espacée et plus ou moins régulière de lignes continues et de gouttelettes. [DUP09][ROM06]

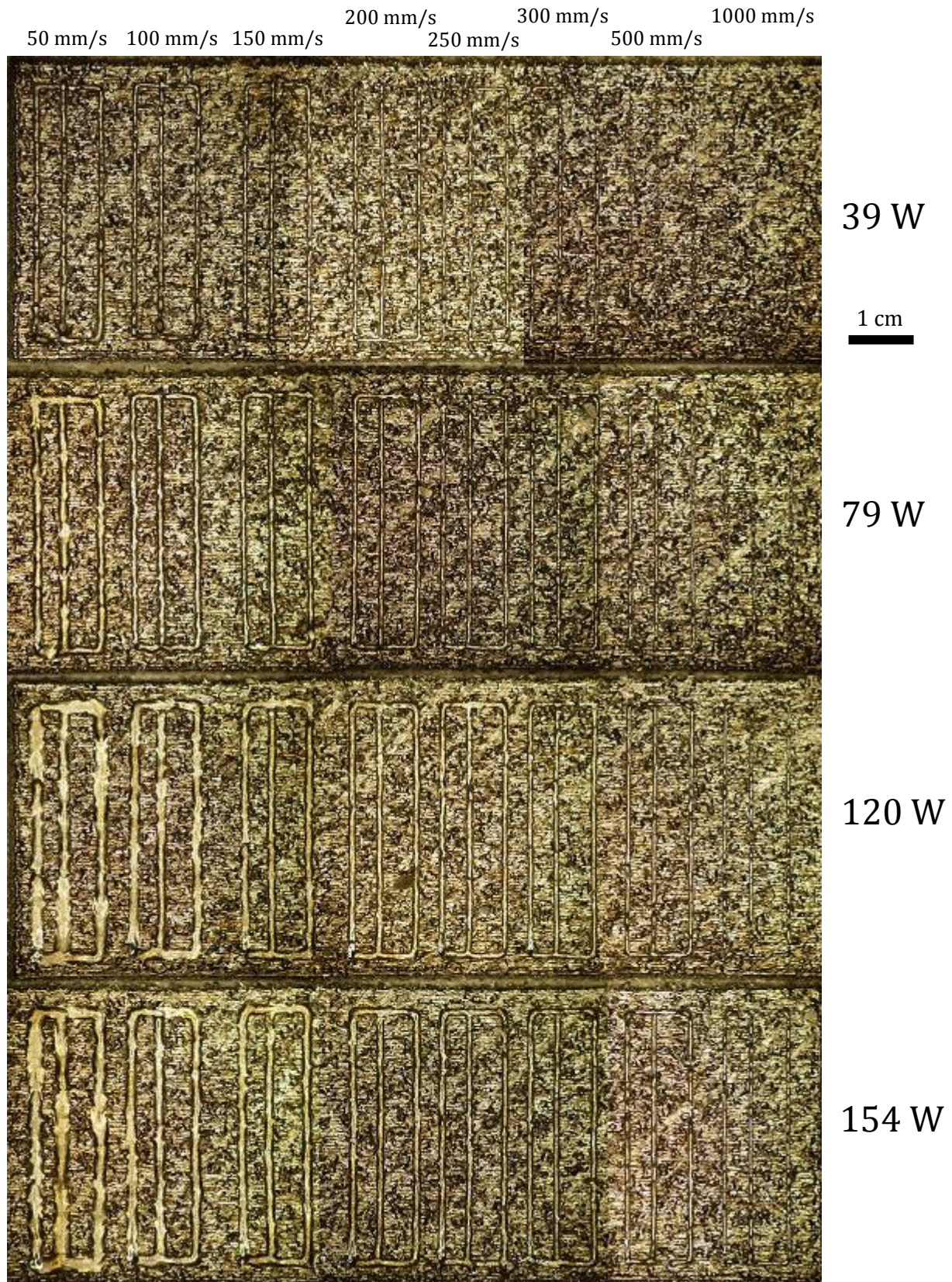


Figure 3.15 – Cordon de fusion sur lit de poudre pour une puissance, de haut en bas, de 39 W, 79 W, 120 W et 154 W. La vitesse de balayage augmente de la gauche vers la droite avec pour valeurs, en mm/s : 50, 100, 150, 200, 250, 300, 500, 1000.

Les quatre cordons élaborés avec une vitesse de 1000 mm/s, ainsi que les deux cordons de puissance 39 W aux vitesses de balayage de 300 mm/s et 500 mm/s et finalement le cordon

de puissance 79 W pour une vitesse de balayage de 500 mm/s (P79_V500) ont été fortement sujets à cette instabilité et n'ont pas subi de mesures.

À partir de l'observation morphologique extérieure, les cordons ont été décrits selon quatre adjectifs : goutté, discontinu, continu et étalé. Les trois premiers adjectifs semblent assez clairs, avec ce qui précède, pour ne pas nécessiter plus d'explications. Le dernier adjectif concerne les cinq cordons P79_V50, P120_V50, P120_V100, P154_V50 et P154_V100 pour lesquels l'énergie linéique est supérieure à 1100 J/m. Cette appellation « étalé » traduit le fait que le bord du trait de marquage peut être vraiment peu précis. Par nature, cette caractérisation des cordons est plus ou moins subjective²⁵.

Après observation de l'aspect extérieur de tous les cordons, l'intérêt s'est porté sur la caractérisation de leur section droite. Celle-ci aboutit à cinq autres qualificatifs. Outre celui relatif à la formation de gouttelettes, les quatre autres qualificatifs décrivent l'évolution de l'attachement du cordon au substrat. Il a été vu que pour de faibles énergies linéiques, les cordons sont formés de gouttelettes. Lorsque l'énergie augmente, la section droite du cordon possède toujours une forme circulaire mais il semble comme soudé au substrat. Ensuite, avec une augmentation d'énergie, le cordon circulaire semble s'enfoncer dans le substrat et se retrouve comme enchâssé. Pour une énergie encore supérieure, le cordon s'enfonce un peu plus et peut perdre sa forme circulaire pour prendre l'aspect conventionnel d'un cordon SLM. Finalement, lorsque l'énergie est très importante, la surface du cordon est plane, comme dans le cas du marquage laser qui était représenté par la Figure 3.10. La Figure 3.16 représente schématiquement cette évolution accompagnée d'exemples réels.

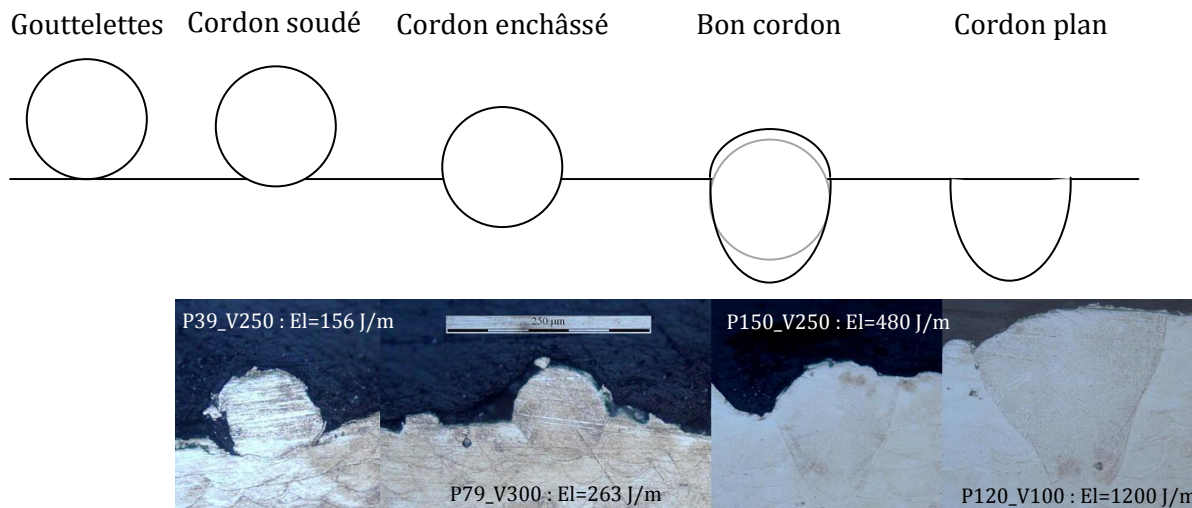


Figure 3.16 – En haut : Représentation schématique de l'évolution de l'aspect d'un cordon SLM avec l'augmentation de l'énergie linéique. En bas : illustration avec des cordons réels. La barre d'échelle représente 250 µm.

La Figure 3.17 illustre ces résultats sous forme de cartographie en fonction de la puissance et de la vitesse. La couleur et la forme des points indiquent tous deux la morphologie extérieure des cordons, tandis que le remplissage des points caractérise leur aspect vu en section droite. Les meilleurs cordons sont ceux qui sont verts et pleins, c'est-à-dire les triangles pleins orientés vers le haut. La Figure 3.18 ajoute une dimension qui représente l'énergie linéique associée à chaque cordon.

²⁵ Dans l'absolu, aucun des cordons formés n'est vraiment continu sur toute sa longueur ni marqué de manière propre.

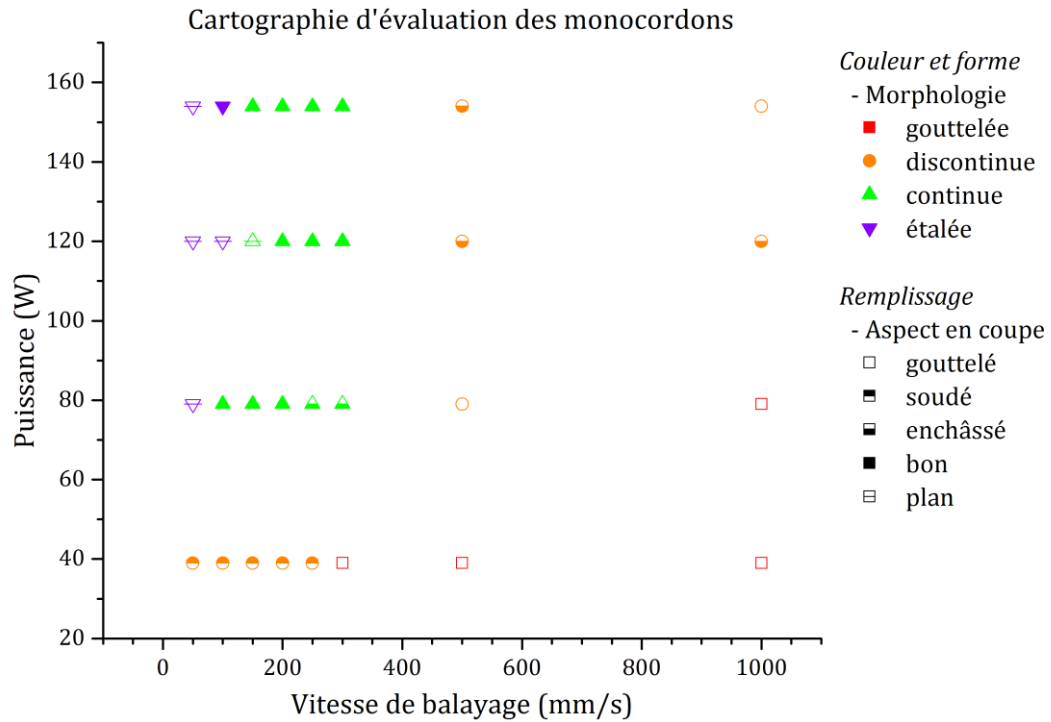


Figure 3.17 – Cartographie d'évaluation des cordons en fonction de la puissance et de la vitesse de balayage du faisceau laser sur le lit de poudre. L'évaluation est faite à la fois à partir de la morphologie extérieure des cordons et de leur aspect en section droite.

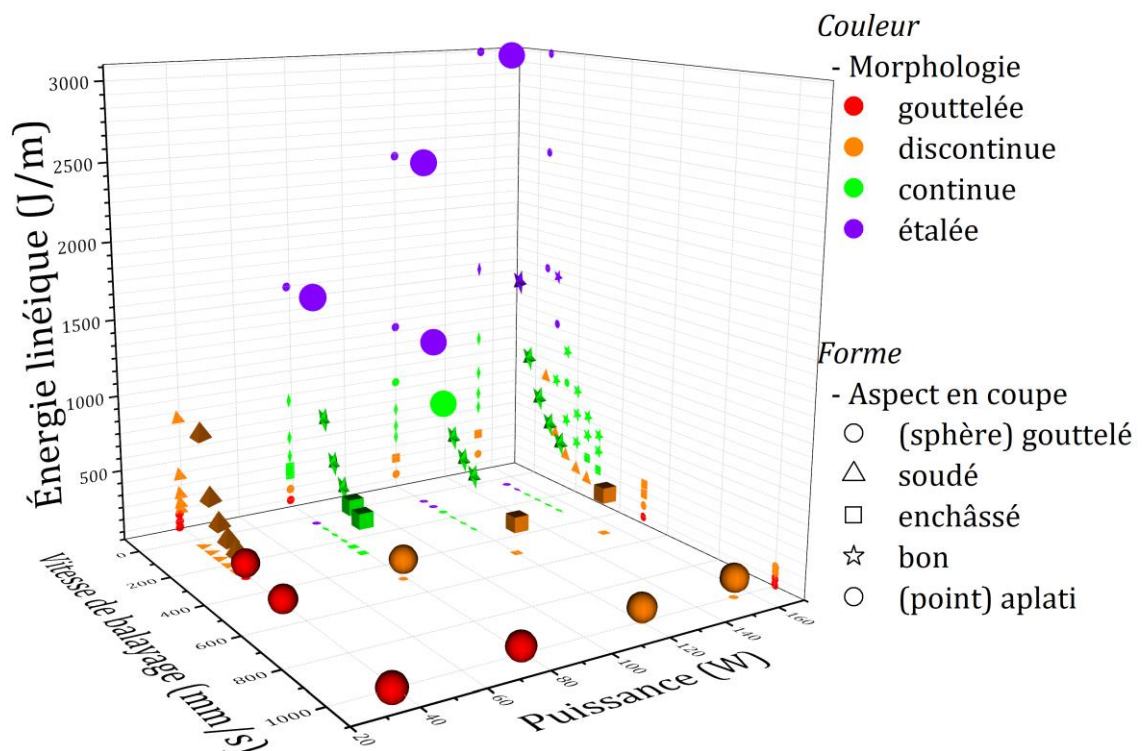


Figure 3.18 – Cartographie tridimensionnelle d'évaluation des cordons en fonction de la puissance, de la vitesse de balayage du faisceau laser ainsi que de l'énergie linéique fournie au lit de poudre. L'évaluation est faite à la fois à partir de la morphologie extérieure des cordons et de leur aspect en section droite. Il est préférable de visualiser cette figure en couleur.

Il est intéressant de noter que tous les cordons formés avec une puissance de 39 W sont, au mieux, soudés au substrat, c'est-à-dire qu'ils ont une forme à peu près cylindrique ou qu'ils sont une succession de gouttelettes. Ainsi, il n'est pas étonnant de constater, sur la Figure 3.19, que ces cordons possèdent à la fois la plus grande hauteur apparente et la plus faible profondeur de fusion.

Pour les deux puissances les plus importantes, la plupart des paramètres présentent au moins une occurrence de cordon dont la forme résulte d'une fusion selon le mode en trou de serrure. Le fait que tous les cordons d'un même jeu de paramètres ne présentent pas le même profil d'absorption de l'énergie électromagnétique traduit une certaine instabilité du procédé.

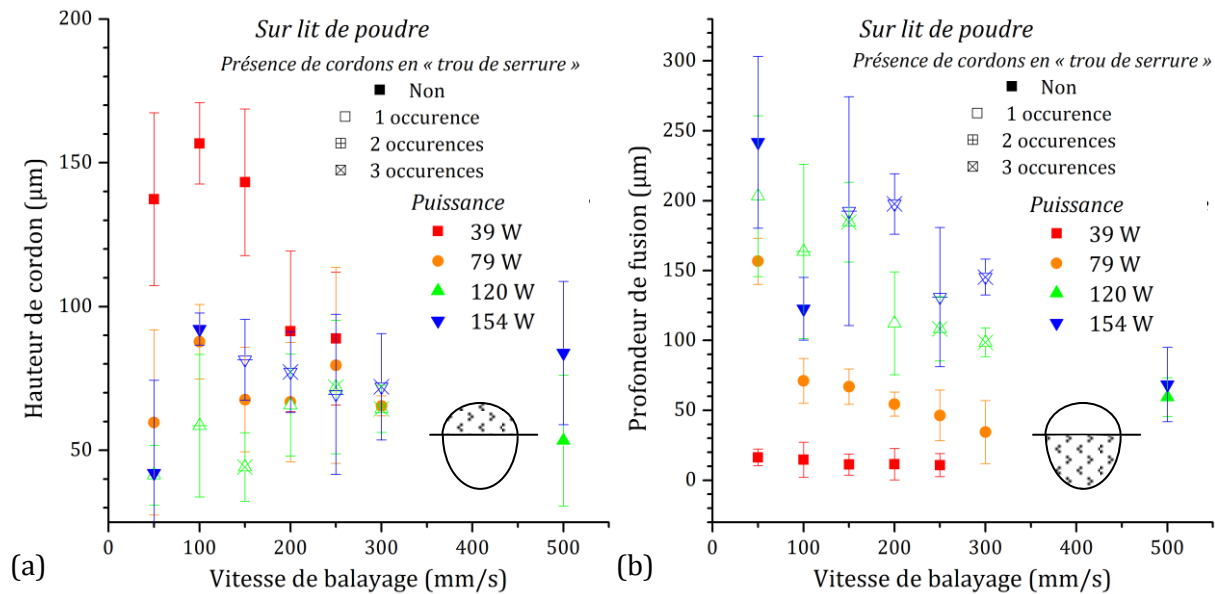


Figure 3.19 – Évolution de (a) la hauteur apparente et de (b) la profondeur de fusion de tous les cordons SLM en fonction de la vitesse de balayage du faisceau laser sur le lit de poudre, pour différentes puissances. Résultats obtenus par irradiation sur alliage massif en répétant chaque expérience trois fois pour une épaisseur de couche fixée à 30 μm.

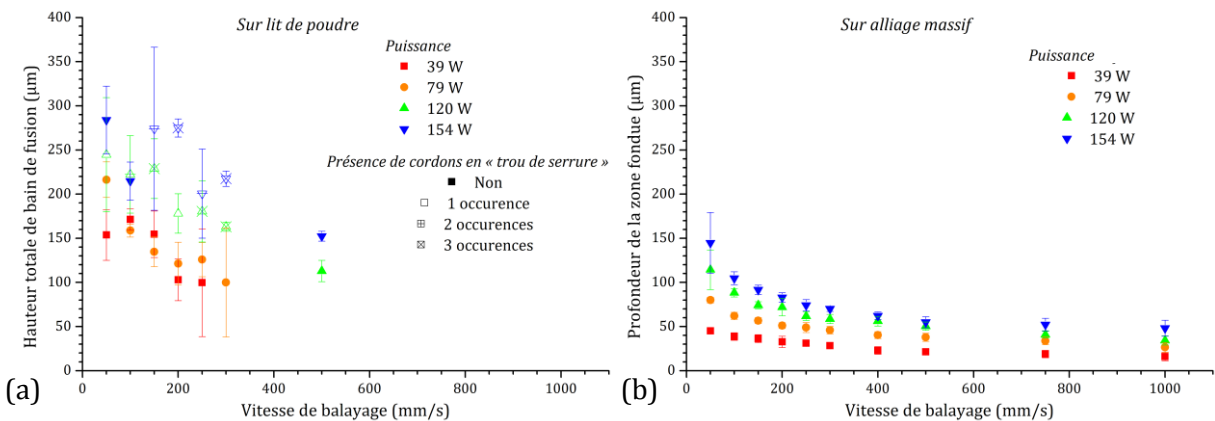


Figure 3.20 : Évolution de (a) la hauteur totale du bain de fusion après irradiation sur lit de poudre et (b) de la profondeur de la zone fondue après irradiation sur alliage massif en fonction de la vitesse de balayage du faisceau pour différentes puissances. Résultats obtenus en répétant chaque expérience trois fois pour une épaisseur de couche fixée à 30 μm. Pour les résultats sur alliage massif, l'écart-type des mesures est souvent suffisamment faible pour être noyé dans le point.

La Figure 3.20 (a) indique que la hauteur totale de bain de fusion, qui est la somme de la hauteur de cordons et de la profondeur de fusion, diminue lorsque l'énergie apportée par le laser est plus faible, ce qui est cohérent avec le sens commun. L'évolution est similaire à celle

observée sur l'alliage massif, représentée sur la Figure 3.20 (b). Toutefois les valeurs sont bien plus importantes pour le cas du lit de poudre. Ce fait, ajouté à l'occurrence de profils en trou de serrure, qui n'avaient jamais été observés sur l'alliage massif, sont la traduction d'un comportement face au faisceau laser complètement différent dans les deux cas.

L'incertitude qui est souvent importante sur ces mesures de dimensions sur lit de poudre traduit le fait que la fusion d'un lit de poudre n'est intrinsèquement pas un phénomène localement répétable. Ces mesures ne peuvent donc qu'indiquer une évolution tendancielle.

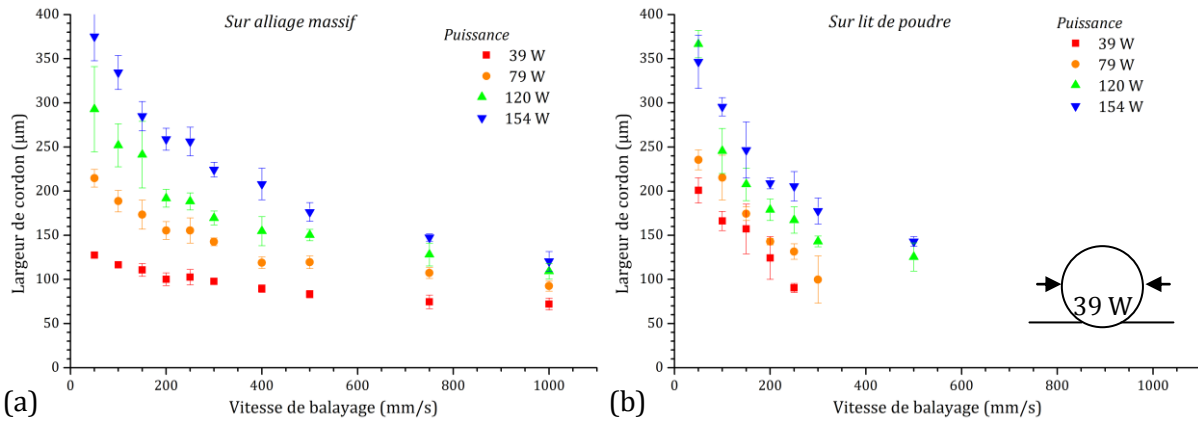


Figure 3.21 – Évolution de la largeur de cordons mesurés à partir de l'irradiation (a) sur alliage massif et (b) sur lit de poudre en fonction de la vitesse de balayage du faisceau pour différentes puissances. Pour 39 W, la largeur représente la largeur maximale des cordons dans le cas où ceux-ci sont soudés ou enchâssés.

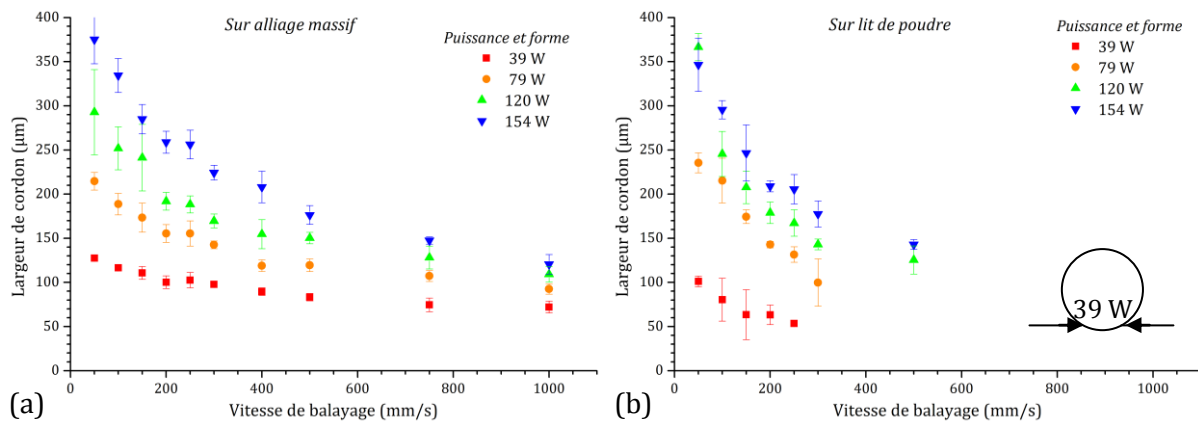


Figure 3.22 – Évolution de la largeur de cordons mesurés à partir de l'irradiation (a) sur alliage massif et (b) sur lit de poudre en fonction de la vitesse de balayage du faisceau pour différentes puissances. Pour 39 W, la largeur représente la largeur de la zone fondue en contact avec le substrat intermédiaire pour les cordons élaborés avec une puissance de 39 W.

Enfin, la Figure 3.21 indique l'évolution de la largeur de cordons avec la vitesse de balayage. La largeur de cordon est une donnée généralement utilisée pour évaluer la gamme d'écart-vecteur intéressante. Celle-ci s'étend entre un peu plus d'une demi-largeur et un peu moins d'une largeur complète. Dans les cas où les cordons sont soudés ou enchâssés, les mesures reflètent la largeur de la forme circulaire en surface. La figure représente côte à côte les mesures effectuées après consolidation du lit de poudre et irradiation sur alliage massif pour comparaison. Pour les trois plus grandes puissances les largeurs de cordons sont sensiblement les mêmes pour les deux types d'expériences. Pour 39 W, les cordons sont soit soudés soit enchâssés. Ainsi, les mesures ne reflètent pas la largeur de la zone fondue mais celle du cordon en surface. C'est pour cette raison que les points sont si élevés. La Figure 3.22 représente la Figure 3.21 (b) actualisée avec la largeur de la zone fondue en contact avec le substrat intermédiaire pour les cordons élaborés à 39 W à titre informatif. Les Figure 3.21 (a) et

Figure 3.22 (a) sont identiques. Dans l'absolu, du fait de la qualité de ces cordons, les deux comportements sont difficilement comparables.

Pour les autres puissances, les deux types d'expériences présentent des résultats similaires. En d'autres termes, malgré la présence du lit de poudre et de sa conduction thermique faible, les cordons possèdent sensiblement la même largeur que ceux obtenus sur massif.

Cette largeur représenterait un certain « diamètre efficace » de l'empreinte du faisceau laser pour laquelle la densité de puissance est suffisante pour aboutir à la fusion du matériau. Ainsi, le diamètre efficace de l'empreinte du faisceau augmenterait avec la puissance et la baisse de la vitesse de balayage.

3.2.1.4. Irradiation laser sur lit de poudre – substrat « chaud »

L'étude des cordons élaborés sur le second type de substrat sera succincte. Pour rappel, la puissance utilisée pour le support est 90 W, la vitesse de balayage est 150 mm/s et l'écart-vecteur vaut 60 μm . L'écart-vecteur des deux jeux de paramètres étant identiques, il est possible de raisonner en terme d'énergie linéique. L'énergie linéique du premier substrat est de 100 J/m et celle du second est de 600 J/m. Dans ce dernier cas, la température générale et celle de la surface de la construction est plus importante²⁶.

La Figure 3.23 présente la comparaison entre les cordons formés avec une puissance de 39 W et de 79 W pour les deux types de substrat. Il apparaît tout de suite que les cordons effectués sur le substrat « chaud » sont bien plus distinguables que ceux effectués sur le substrat « froid ». Ceci est dû au fait que la surface du substrat semble beaucoup plus lisse.

Dans un second temps il vient que l'apparition des gouttelettes semble plus précoce avec la vitesse de balayage pour le substrat « chaud ». Il est difficile de savoir si ce phénomène résulte de la température plus importante ou de la planéité du substrat, même si cette dernière explication semble plus plausible. En effet, malgré une température de substrat plus importante, la différence d'énergie thermique est quasiment négligeable en comparaison avec l'énergie nécessaire à la fusion. Il est toutefois possible que des effets de tensions de surface soient à l'œuvre et puissent expliquer certains comportements.

Autrement, les cordons élaborés sur substrat « chaud » semblent avoir une précision dimensionnelle plus importante de manière générale et en particulier pour 79 W et une faible vitesse de balayage. C'est-à-dire que les cordons semblent mieux marqués, et les contours plus rectilignes. Là encore, il est fort probable que cette observation résulte d'une planéité de substrat plus importante car, lorsque le cordon rencontre une irrégularité à la surface du substrat, il est plus enclin à être irrégulier lui-même. Ceci est assez frappant sur le cordon P39_V50.

La Figure 3.24 présente la largeur des cordons ainsi que la hauteur totale de bain de fusion pour les cordons obtenus sur les deux types de substrat. Quel que soit le substrat, le même comportement général est observé pour les deux cas, et les valeurs numériques assorties de leur écart-type ne sont pas sensiblement différentes.

²⁶ Lors du retrait du plateau de fabrication, celui-ci était substantiellement plus chaud après l'irradiation à 600 J/m qu'après celle à 100 J/m. Toute manipulation du plateau a requis un temps de refroidissement.

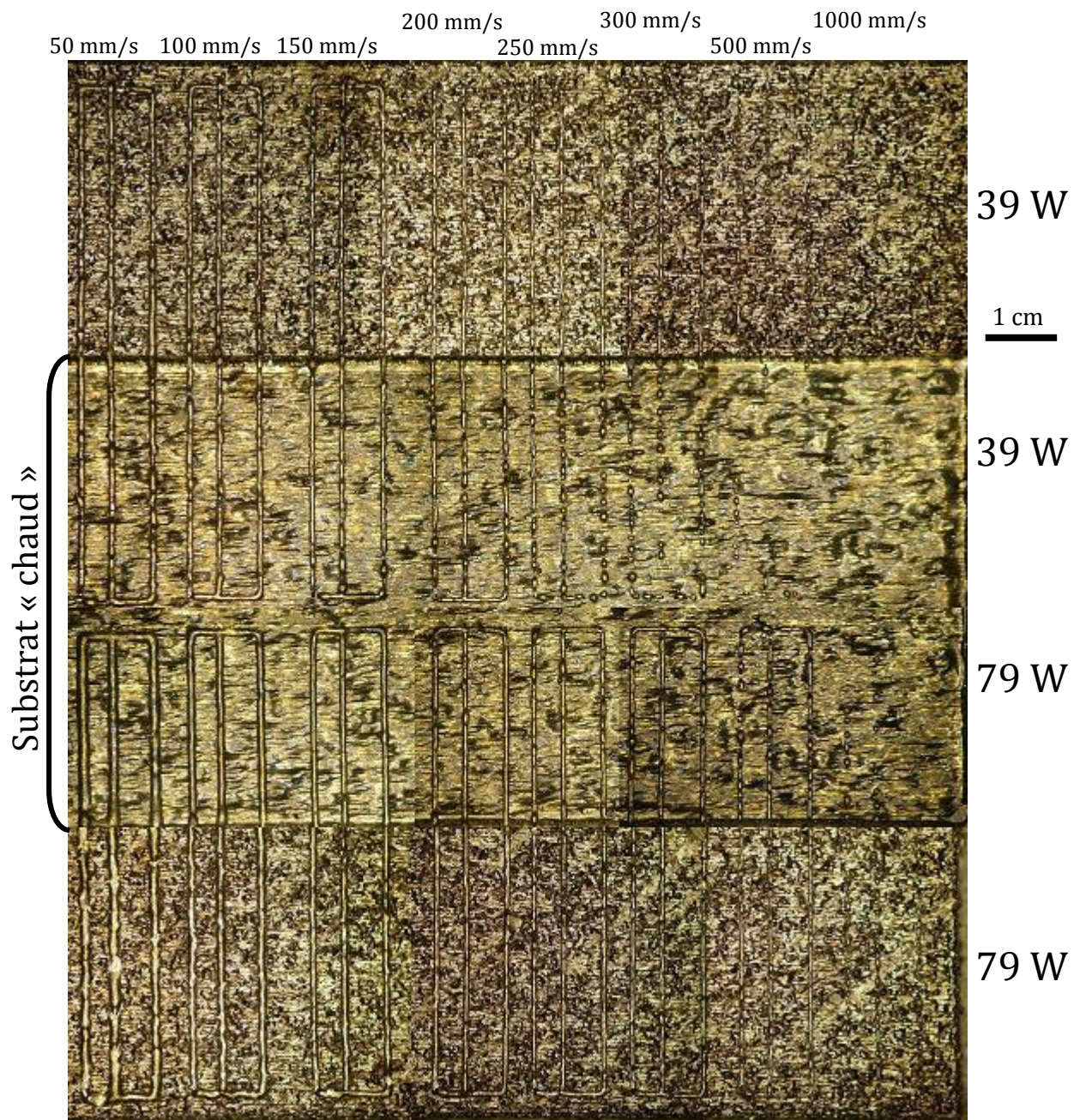


Figure 3.23 – Cordon de fusion sur lit de poudre pour une puissance de 39 W, et de 79 W pour les deux types de substrat. Les cordons élaborés sur le substrat « chaud » sont placés au milieu de la figure. La vitesse de balayage augmente de la gauche vers la droite avec pour valeurs, en mm/s : 50, 100, 150, 200, 250, 300, 500, 1000.

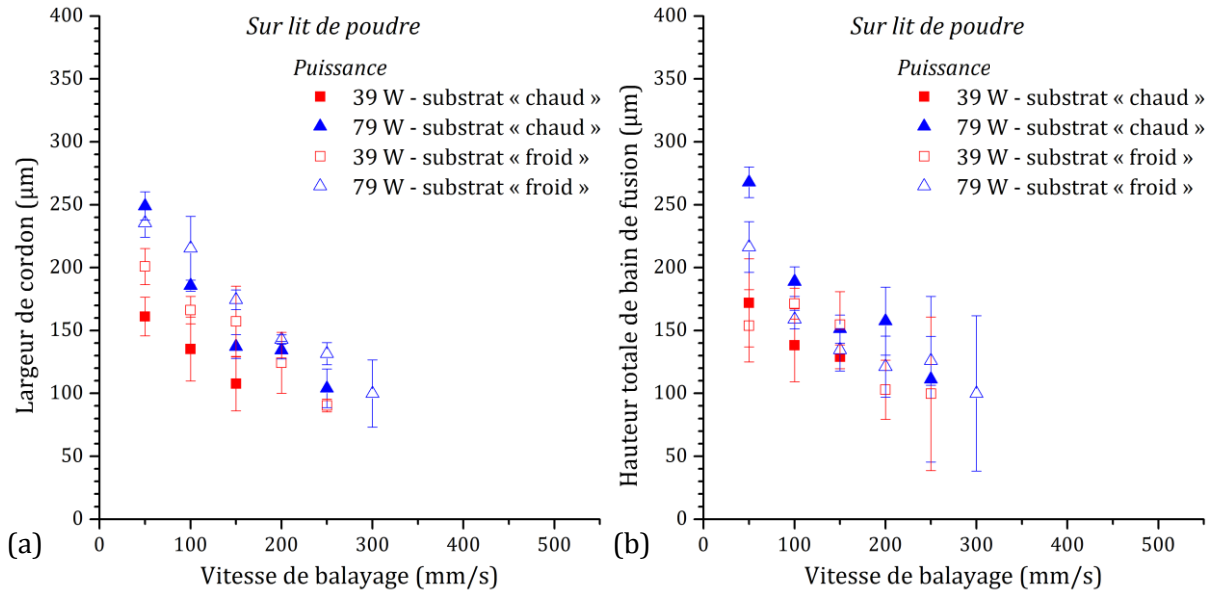


Figure 3.24 – Évolution de (a) la largeur de cordon et de (b) la hauteur totale de bain de fusion en fonction de la vitesse de balayage du faisceau laser sur lit de poudre pour 39 W et 79 W et pour les deux types de substrats. Résultats obtenus par irradiation sur alliage massif en répétant chaque expérience trois fois.

Ces résultats tendent à montrer que, dans les conditions étudiées, le changement de substrat a une influence assez faible sur les dimensions des cordons. Seul leur aspect extérieur peut se voir modifié, ce qui confirmerait plutôt l'influence de l'état de surface du substrat. Il faut toutefois faire attention à ne pas présenter une surface trop lisse aux particules de poudre sous peine d'avoir des difficultés à déposer la couche de poudre suivante. C'est notamment la raison pour laquelle les substrats initiaux en Inconel 625 massif ont été sablés.

3.2.1.5. Considérations énergétiques et rendement du faisceau

Un aspect important de cette étude consiste à évaluer le rendement énergétique, c'est-à-dire à déterminer la fraction « d'énergie efficace » par rapport à l'énergie fournie par le laser. L'énergie efficace est définie comme l'énergie nécessaire pour amener un volume (ou une masse) d'alliage de la température ambiante à sa température de fusion. Avec cette définition, toute énergie utilisée pour élever la température de l'alliage liquide ou le vaporiser est considérée comme une perte, de même que l'énergie qui réchauffe l'état solide.

L'énergie fournie par le laser peut se calculer par l'énergie linéique définie précédemment. En considérant un marquage laser sur une certaine distance, par exemple un mètre, il est possible de calculer l'énergie apporté par ce laser sur cette distance. Pour une puissance de 79 W et une vitesse de balayage de 100 mm/s, l'énergie linéique est égale à 790 J/m. L'énergie apportée par le laser sur un mètre est donc de 790 J.

Le calcul de l'énergie nécessaire à fusion du matériau fait intervenir différentes propriétés physiques et thermiques du matériau : la masse volumique (ρ), la capacité calorifique massique à pression constante (C_p), la chaleur latente de fusion (ΔH_f) et la température de fusion (T_f). L'énergie E_f nécessaire à la fusion d'une masse m de densité ρ ou d'un volume V depuis la température ambiante T_{amb} s'écrit :

$$E_f = m [C_p (T_f - T_{amb}) + \Delta H_f] = \rho V [C_p (T_f - T_{amb}) + \Delta H_f] \quad (3.9)$$

Les données de la littérature sur la capacité calorifique de l'Inconel 625 donnent des valeurs comprises entre 402 J.kg⁻¹K⁻¹ et 670 J.kg⁻¹K⁻¹ pour des températures allant de -18°C à 1093°C et cette augmentation est linéaire. En considérant cette linéarité valable depuis la

température ambiante de 20°C jusqu'à la température de fusion de 1370°C²⁷, il est possible de prendre une valeur de C_p constante et égale à 573,4 J.kg⁻¹.K⁻¹ pour le calcul²⁸. [SPE06][PIC12]

La chaleur latente de fusion de l'Inconel 625 n'est pas donnée précisément dans la littérature. Celle de l'Inconel 718 est de 272 kJ/kg [CHE11], celles du nickel et du chrome sont respectivement 298 kJ/kg et 404 kJ/kg. De manière générale, l'enthalpie de fusion des alliages Ni-Cr est comprise entre 275 kJ/kg et 320 kJ/kg [AZO13][REA13]. Il est probable que les différences observées entre les métaux de base et les alliages soient dues aux différences de densité et de températures de fusion. En effet, pour l'enthalpie de fusion il est préférable de raisonner en moles plutôt qu'en kilogrammes, et ainsi l'enthalpie de fusion du nickel est de 17 kJ/mol et l'enthalpie de fusion du chrome est assez proche, à 21 kJ/mol. En considérant les températures de fusion T_f en kelvin, il peut être montré que l'entropie de fusion ($\Delta S_f = \Delta H_f/T_f$) dépend peu de l'élément. Pour le nickel, elle vaut 9,84 J.mol⁻¹.K⁻¹ et pour le chrome elle vaut 9,63 J.mol⁻¹.K⁻¹. En considérant que la température de fusion de l'Inconel 625 est de 1372 °C, que son entropie est de 9,8 J.mol⁻¹.K⁻¹ et que sa masse molaire est de 62 g/mol, alors l'enthalpie de fusion peut être estimée à 260 kJ/kg. Des calculs thermodynamiques menés par N. Dupin²⁹ en considérant un refroidissement rapide de l'Inconel 625 aboutissent à une enthalpie de fusion de 242 kJ/kg, en accord avec la valeur précédente. Les mesures réalisées à partir d'analyse thermique différentielle sur la poudre d'Inconel 625, et présentées précédemment, ont abouti à une enthalpie de fusion sensiblement plus faible, égale à 172 kJ/kg (peu fiable).

Lors des essais sur lit de poudre, l'énergie électromagnétique fond à la fois le lit de poudre et le matériau SLM préalablement consolidé. L'enthalpie de fusion de ce dernier a été estimée à 203,5 kJ/kg. Compte tenu du fait que c'est ce matériau qui est préférentiellement fondu, c'est cette dernière valeur d'enthalpie qui a été utilisée pour les calculs de rendement. Pour les essais réalisés sur alliage massif, c'est la valeur de 224 kJ/kg obtenue après ATD qui a été prise en compte pour le calcul du rendement. Il est vrai que cette valeur de l'enthalpie de fusion peut être considérée comme un peu faible par rapport aux données bibliographiques mais, dans l'absolu, il n'est pas nécessaire d'avoir une grande précision sur la valeur de cette enthalpie car elle ne participe que de manière marginale à l'énergie totale devant être emmagasiné par l'alliage pour fondre. Le résultat final ne varie que de quelques pourcents suivant la façon dont est prise en compte l'enthalpie de fusion et seules les valeurs absolues sont modifiées ; le comportement relatif pour les différents jeux de paramètres ne change pas.

Il reste à déterminer la masse qui a été fondue par le laser. Cette évaluation se fait par la mesure de la surface fondue sur une section droite du cordon. Une fois la surface de la section mesurée par analyse d'image, le volume s'obtient par extrusion de cette surface sur une certaine longueur, ici un mètre. Pour reprendre l'exemple précédent, la section fondue par un faisceau laser de puissance 79 W avec une vitesse de balayage de 100 mm/s sur alliage massif est estimée expérimentalement à 8510 µm² soit 8,51 10⁻⁹ m². Le volume de fusion sur un mètre est donc de 8,51 10⁻⁹ m³. Avec un alliage de densité 8440 kg/m³, cela correspond à une masse d'environ 72 mg. L'énergie thermique normalement nécessaire à la fusion de cette masse est, en appliquant l'équation (3.9), de 72 J. Le rapport de cette énergie par celle apportée par le laser (790 J) donne un rendement de 9,1 %. Ce calcul a été effectué pour chacun des cordons, et le résultat est représenté en fonction de la vitesse de balayage sur la Figure 3.25.

²⁷ Déterminée par analyse thermique différentielle.

²⁸ En termes mathématiques : $\int_{T_{amb}}^{T_f} C_p(T) dT \approx 573,4 (T_f - T_{amb})$, en J/kg, avec T_f et T_{amb} en K ou °C.

²⁹ Communication privée.

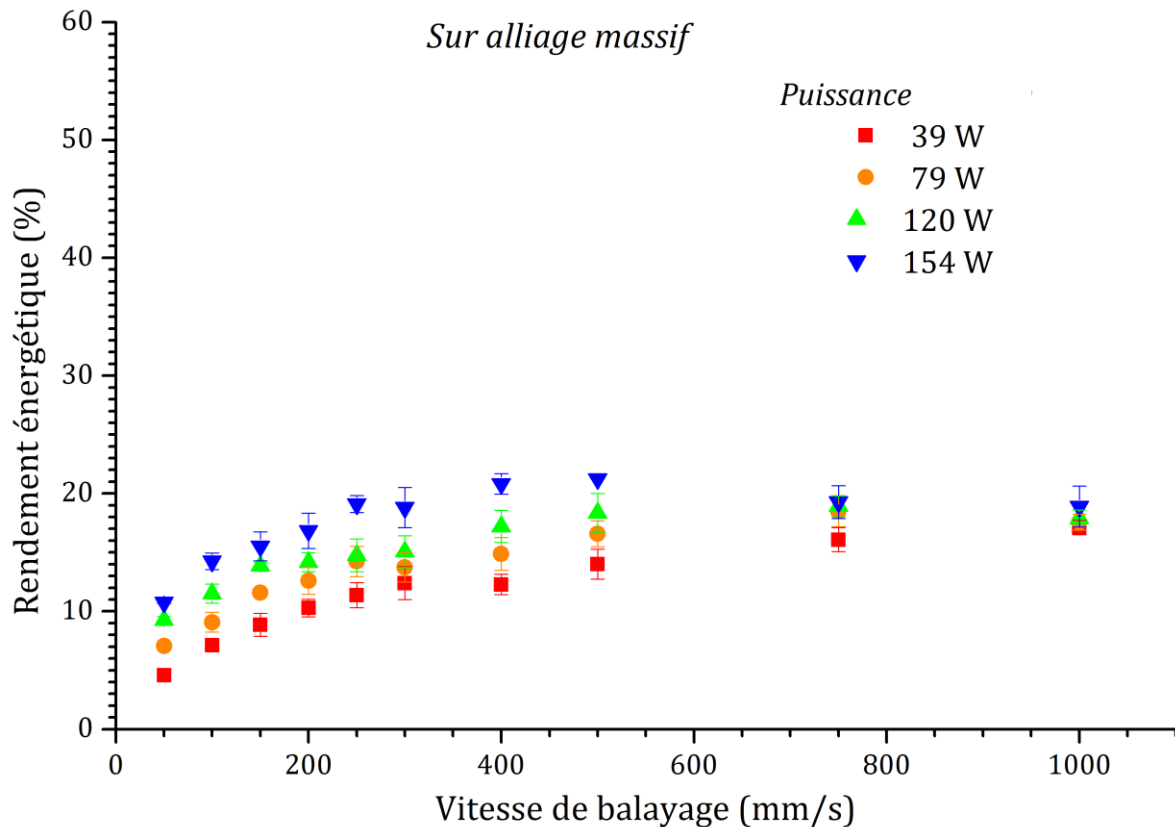


Figure 3.25 – Évolution du rendement énergétique après irradiation de l'alliage massif en fonction de la vitesse de balayage pour différentes puissances laser.

Cette figure montre que le rendement augmente avec la vitesse de balayage et la puissance laser jusqu'à environ 500 mm/s et diminue légèrement pour 1000 mm/s.

Les mesures de réflectivité du nickel pur provenant de la littérature, pour la longueur d'onde du faisceau Nd-YAG (1064 nm) indiquaient (Figure 2.7) que pour un angle d'incidence proche de la normale, et pour une polarisation aléatoire, la réflexion est de 72,6 %, donc l'absorption maximum est de 27,4%.

En considérant que l'alliage n'est pas identique au nickel pur, et que la surface sablée est plutôt réfléchissante du fait de sa rugosité proche de la longueur d'onde des photons, le résultat des calculs du rendement expérimental est cohérent avec le rendement maximal attendu.

En ce qui concerne le rendement énergétique des cordons effectués sur lit de poudre, les mesures sont représentées sur la Figure 3.26.

Le cas 39 W est particulier du fait de son haut rendement énergétique. L'évaluation de ces cordons, présentée sur la cartographie de la Figure 3.17, montre que ceux-ci sont juste soudés au substrat. De plus, la profondeur de fusion du substrat intermédiaire (cf. Figure 3.19 (b)) est inférieure à la profondeur de fusion dans l'alliage massif (cf. Figure 3.20 (b)). Cela signifie donc que le substrat a reçu très peu d'énergie, que ce soit en provenance directe du laser ou indirecte par le lit de poudre en fusion. Lors du passage du faisceau laser, les petites particules de poudre convertissent l'énergie électromagnétique pour assurer leur propre fusion et fondre sur une profondeur très faible le substrat. Cette dernière fusion peut d'ailleurs être uniquement le fruit d'un brusque apport d'énergie thermique du bain liquide lors de son refroidissement. Ainsi, la puissance et la densité de puissance sont tout juste suffisantes pour fondre les particules de poudre mais insuffisantes pour fondre significativement le substrat car la puissance et la densité de puissance restantes sont trop faibles. Il n'y a pas assez d'énergie par unité de temps et de surface pour assurer une fusion substantielle du substrat avec 39 W.

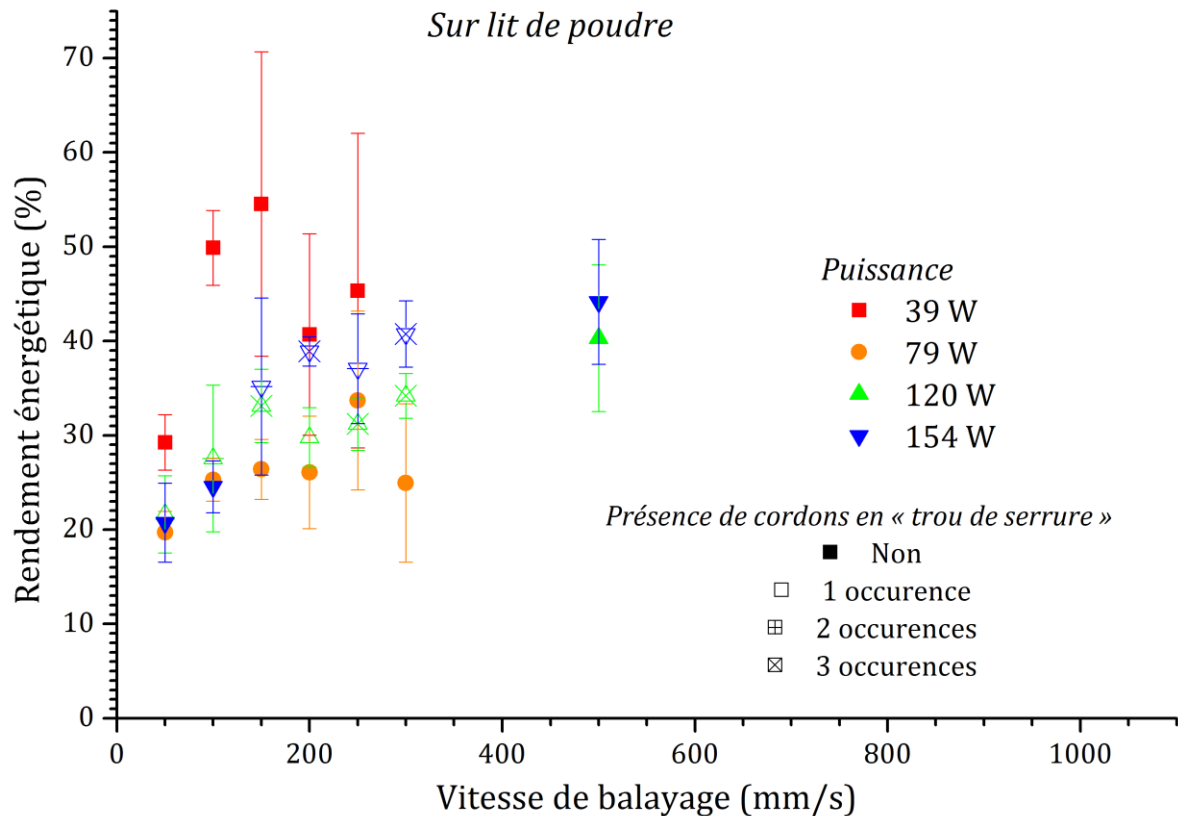


Figure 3.26 – Évolution du rendement énergétique des cordons obtenus sur lit de poudre en fonction de la vitesse de balayage pour différentes puissances laser.

La Figure 3.25 montrait aussi que la fusion du substrat seul coûte beaucoup d'énergie. Compte tenu de ce fait, de la faible fusion du substrat pour 39 W et du rendement qui peut atteindre 50 % pour cette puissance, il peut en être déduit que l'absorption du faisceau laser par les particules de poudre se fait de manière relativement efficace.

Ces observations sont en accord avec le comportement du lit de poudre mentionné au chapitre précédent : les photons traversent difficilement le lit de poudre, ils sont principalement déviés par les particules, de manière horizontale dans le lit. L'énergie se concentre au cœur du lit de poudre et les photons piégés finissent statistiquement par être absorbés. L'absorption énergétique, c'est-à-dire le rendement énergétique, est bien plus important.

Pour les puissances autres que 39 W, tous les rendements semblent augmenter avec l'accroissement de la vitesse de balayage, notamment du fait que le mode d'absorption devient majoritairement par formation d'un capillaire.

La valeur d'absorption théorique maximum de 27,4 % du massif est largement dépassée pour l'irradiation sur lit de poudre. Le mode d'interaction du faisceau laser avec le lit de poudre est complètement différent de celui avec l'alliage massif.

La Figure 3.27 montre que le comportement du rendement énergétique en fonction de l'énergie linéique est aussi singulièrement différent pour les deux expériences. Dans le cas de l'irradiation sur alliage massif le rendement pour 39 W est décroissant tandis que les autres puissances semblent présenter un pic entre 100 J/m et 400 J/m. Chacune de ces courbes semblent plus ou moins se superposer.

Dans le cas de l'irradiation sur lit de poudre, il est aussi observé une décroissance du rendement avec l'énergie linéique, mais cette décroissance est maintenant monotone. En outre, les points du lit de poudre semblent se superposer selon une même courbe.

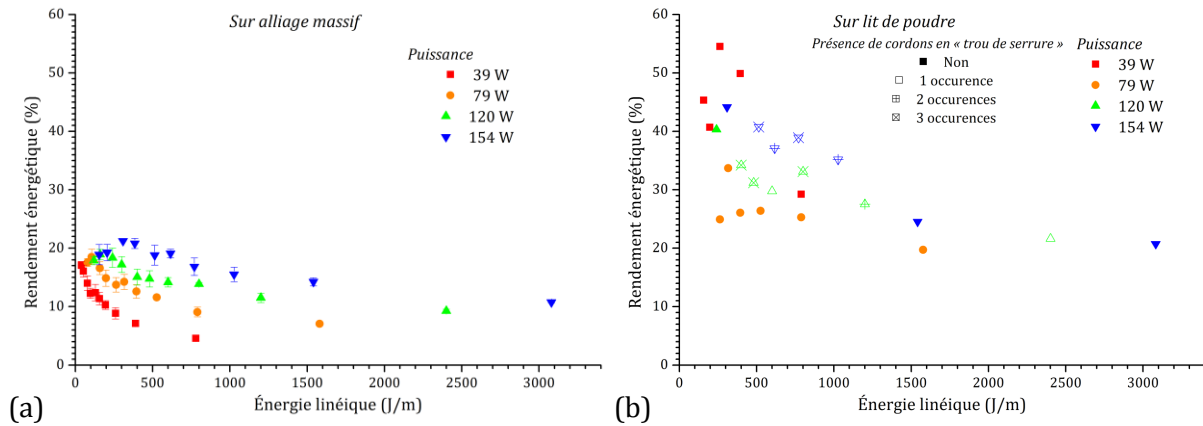


Figure 3.27 – Évolution du rendement énergétique pour les cordons (a) sur alliage massif et (b) sur lit de poudre en fonction de l'énergie linéique pour différentes puissances laser.

Les rendements énergétiques observés sur lit de poudre sont supérieurs à ceux observés sur le matériau massif du fait justement de la présence du lit de poudre qui absorbe efficacement l'énergie électromagnétique. Il reste à déterminer si cette bonne absorption est uniquement due aux dimensions limitées des particules, ou bien si leur forme, vis-à-vis de l'incidence du faisceau laser, intervient et dans ce cas, dans quelle mesure une polarisation bien définie du faisceau peut influencer le rendement. Le gain sur le rendement par cette voie ne peut être possible que dans la mesure où la mise en place du système de polarisation ne diminue pas le rendement de production du faisceau laser. En effet, si le tri de la polarisation se fait en sortie de cavité et par là même diminue l'intensité du faisceau, l'effort est inutile. Il est préférable de forcer la cavité laser à utiliser la totalité du gain possible pour n'amplifier que la polarisation p à l'aide d'un miroir placé à l'angle de Brewster dans la cavité, quitte à faire passer ensuite la totalité du faisceau dans un système optique permettant de changer la polarisation si besoin.

La Figure 3.28 présente de nouveau le rendement énergétique des cordons sur lit de poudre en fonction de l'énergie linéique. Toutefois, l'agrandissement de la Figure 3.27 (b) est assorti du même graphique dont les points sont maintenant indexés par l'aspect morphologique extérieur des cordons ainsi que leur caractérisation en coupe. Toutes les données disponibles sont donc représentées, la vitesse de balayage pouvant être déduite de l'énergie linéique. Sur ce graphique, les « bons » cordons sont représentés par un triangle plein, vert et orienté vers le bas.

Hormis la puissance de 39 W, les trois autres puissances permettent d'avoir des cordons propres. Il est intéressant de noter que la présence de ceux-ci coïncide particulièrement avec l'occurrence de la fusion par le mode en trou de serrure. Les cordons propres ont un rendement qui varie entre 20 % et 35 % et il augmente avec la puissance. Ainsi, ceux qui ont le meilleur rendement sont ceux élaborés avec une puissance de 154 W.

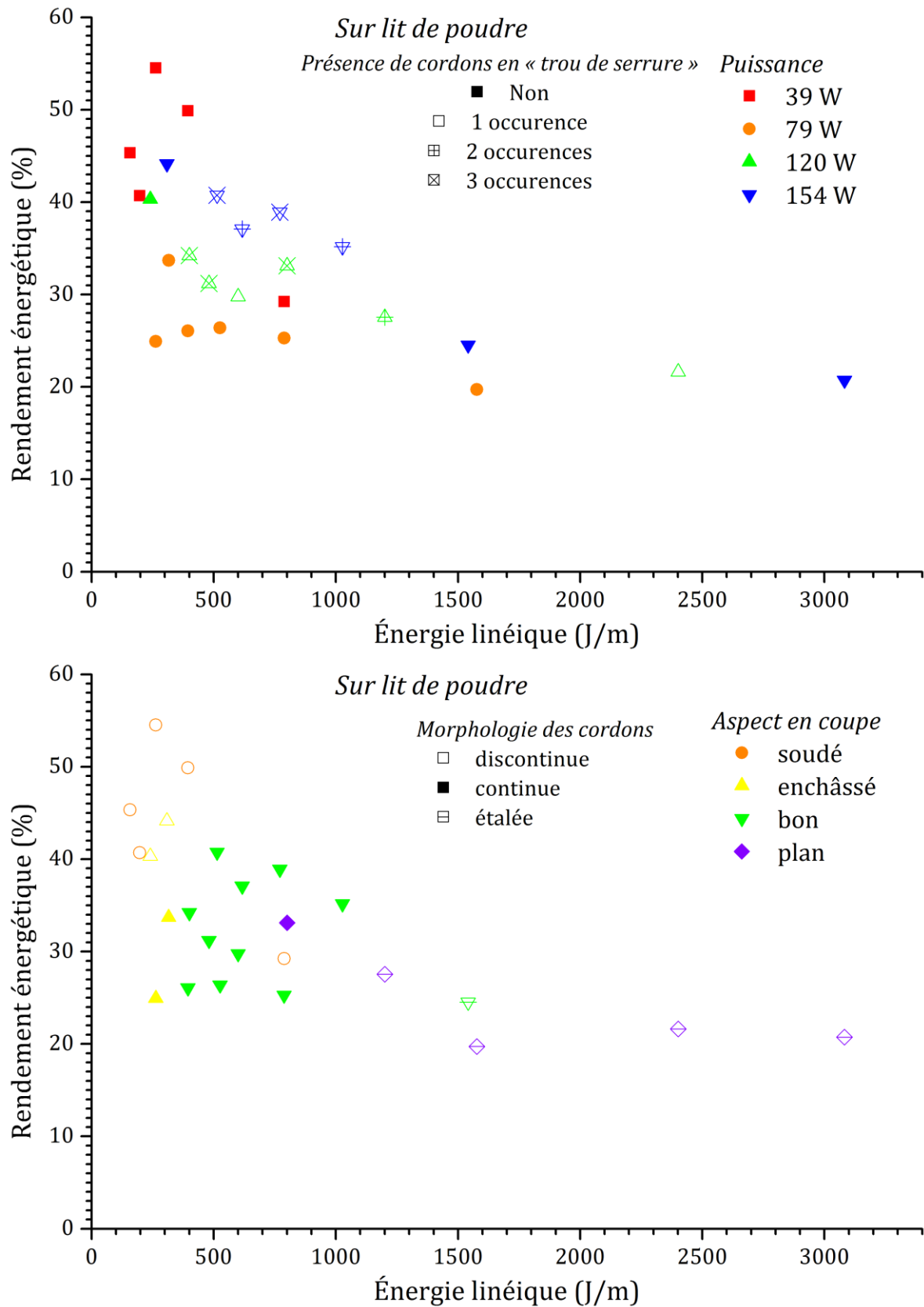


Figure 3.28 – Évolution du rendement énergétique pour les cordons sur lit de poudre en fonction de l'énergie linéique pour différentes puissances laser.

3.2.2. Influence de l'écart-vecteur

3.2.2.1. Définitions

L'écart-vecteur, symbolisé ici par la lettre δ , est la distance séparant deux cordons adjacents afin de créer une surface. Pour que la consolidation de la surface soit dense, il est nécessaire de refondre une partie du cordon précédemment formé. Il y a « recouvrement ». Certains auteurs définissent d'ailleurs une grandeur appelée « taux de recouvrement » et dont la définition mathématique est la suivante :

$$\tau_r = 1 - \frac{\delta}{\text{largeur de cordon}} \quad (3.10)$$

Cette grandeur est principalement exprimée en pourcents et vaut 100 % lorsque l'écart-vecteur est nul, c'est-à-dire que le laser refond toujours la même zone, et 0 % lorsque l'écart-vecteur est égal à la largeur du cordon, et dans ce cas les cordons sont contigus les uns aux autres. Le taux de recouvrement peut être négatif lorsque les cordons sont éloignés les uns des autres comme par exemple ceux de l'étude paramétrique précédente. Mais ce cas est peu intéressant pour observer l'influence de l'écart vecteur...

Pour calculer ce taux, il est nécessaire d'avoir effectué la mesure de la largeur du cordon au préalable. Ce n'est donc pas un paramètre opératoire.

Certains auteurs définissent aussi l'énergie surfacique comme le rapport de l'énergie linéique et d'une dimension caractéristique du faisceau laser. Classiquement, cette dimension est le diamètre de l'empreinte du faisceau laser, ϕ_l . Afin de prendre en compte le fait que le faisceau irradie une surface circulaire, différentes constantes sont accolées à ce rapport. Finalement, une façon d'écrire l'énergie surfacique est :

$$E_s = \frac{4 P}{\pi v \phi_l} \quad (3.11)$$

Malgré l'homogénéité de cette définition, la grandeur calculée ici exprime davantage une densité d'énergie locale que véritablement une énergie apportée sur une surface importante. Le fait que l'énergie surfacique ne dépende pas de l'écart vecteur est, à ce titre, surprenant. Cette définition ne semble pertinente que dans le cas d'une étude sur monocordons et pour laquelle l'effet du diamètre de faisceau est investigué. À une telle échelle locale, la forme gaussienne de la distribution de l'intensité laser implique nécessairement que l'énergie fournie à la matière sur l'ensemble de l'empreinte n'est pas uniforme. Il est donc curieux de considérer que chaque point de l'empreinte laser est soumis à la même « densité d'énergie surfacique ». En outre, il a été vu que le diamètre efficace de l'empreinte du faisceau laser, par opposition au diamètre mathématique, est sujet à variation avec la puissance et la vitesse de balayage. L'utilisation de la grandeur ϕ_l , qui est constante, est donc aussi surprenante. À cette échelle il serait plus intéressant de définir une évolution de la densité d'énergie surfacique avec l'éloignement depuis l'axe du faisceau ainsi qu'avec la vitesse de balayage pour pouvoir discuter l'évolution des dimensions du bain liquide.

Pour la suite, une autre définition de l'énergie surfacique sera utilisée. Celle-ci sera plus appropriée pour discuter de l'apport énergétique à grande échelle.

La Figure 3.29 présente une surface irradiée théorique avec les grandeurs caractéristiques nécessaires à la compréhension de cette définition. Elle représente notamment l'écart-vecteur δ . Les cordons successifs sont volontairement décalés sur la droite pour être plus facilement distinguables. Pour les six cordons représentés, la surface S1 prend en compte les effets de bord, c'est-à-dire le recouvrement du premier cordon, puis des suivants, sauf le dernier. La surface S2 est destinée à représenter ce qu'il se passe au milieu du procédé. Ainsi, le premier

cordon considéré refond partiellement le cordon précédent, ou « cordon zéro », et le dernier cordon n'est pas complet. La largeur qui manque à ce cordon est en fait exactement égale à la largeur du « cordon zéro » que le premier cordon refond. Ce motif permet de paver une surface ; il représente une maille élémentaire d'une plus grande surface. Ainsi, il caractérise bien ce qu'il se passe au milieu de la consolidation de la couche.

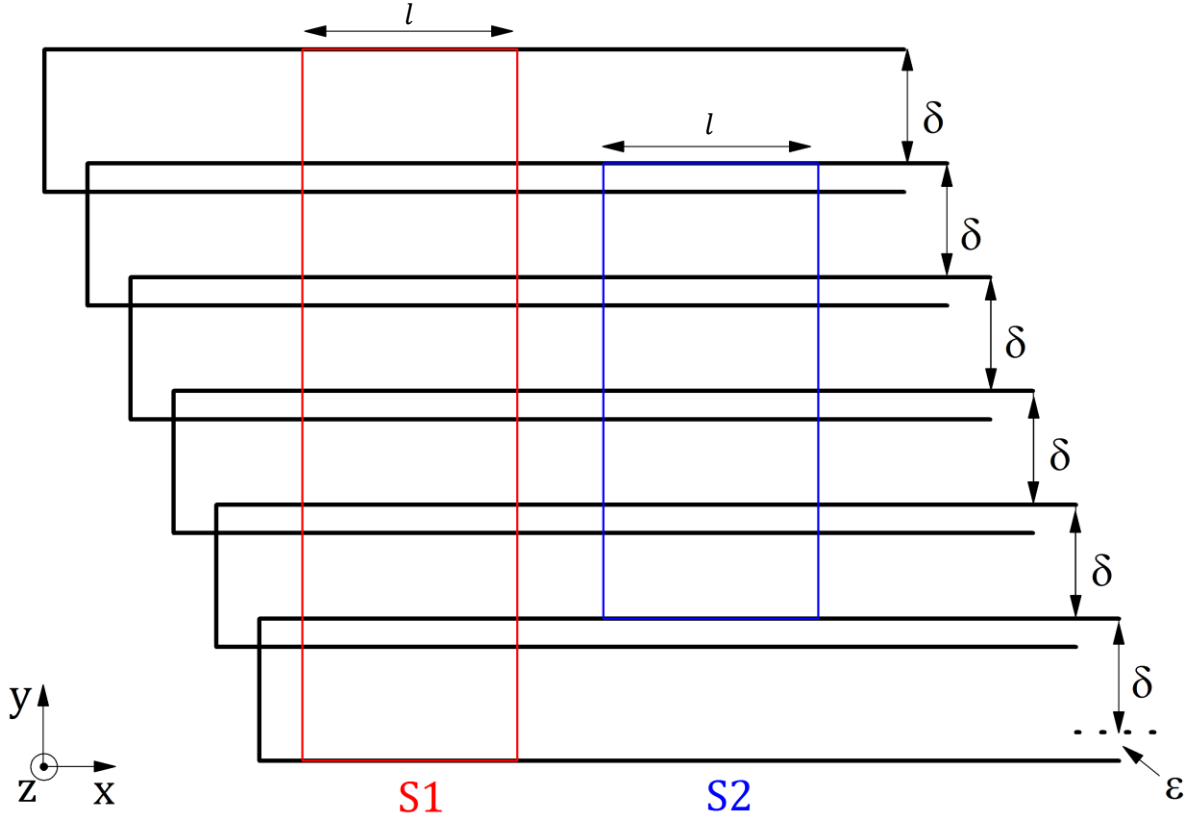


Figure 3.29 : Représentation schématique d'une surface consolidée illustrant l'écart-vecteur δ .

La surface S1 vaut $l (6 \delta + \epsilon)$. Les cordons ont été conçus avec une énergie linéique E_l . L'énergie apportée sur cette largeur vaut $l E_l$. Pour construire cette surface, il a fallu 6 cordons. L'énergie surfacique vaut alors :

$$E_s = \frac{E_{tot}}{S1} = \frac{6 l E_l}{l (6 \delta + \epsilon)} = \frac{6 E_l}{(6 \delta + \epsilon)} \quad (3.12)$$

Si delta est grand (donc epsilon est petit) alors $(6 \delta + \epsilon) \approx 6 \delta$ et par suite $E_s = E_l / \delta$. Ceci revient à négliger l'énergie apportée au bord, en fin de fabrication de la couche. Plus l'écart-vecteur est grand devant la largeur du cordon, et plus le nombre de cordons est important, plus l'énergie apportée au bord peut effectivement être négligée.

Dans le second cas, $S2 = 4 \delta l$. Comme la largeur manquante au dernier cordon est exactement égale à la largeur du « cordon zéro » refondue par le premier cordon, il peut être mathématiquement considéré que quatre cordons entiers ont été fabriqués. Ainsi, l'énergie totale apportée à S2 vaut $4 l E_l$. L'énergie surfacique, sans prendre en compte les effets de bord, vaut :

$$E_s = \frac{P}{v \delta} = \frac{E_l}{\delta} \quad (3.13)$$

Cette définition est adéquate pour caractériser le comportement de surfaces formées par plusieurs cordons. Les effets de bord sont négligeables dans la mesure où l'écart-vecteur et le

nombre de cordons sont importants et que les surfaces sont simples. Dans le cas présent, du fait de la simplicité des géométries simples à produire, cette définition sera utilisée pour les calculs.

3.2.2.2. Conditions expérimentales

Une nouvelle fois, un substrat *SLM* a été conçu pour étudier l'effet de l'écart-vecteur sur la fusion du lit de poudre. Ce substrat intermédiaire a été construit de manière identique au premier de l'étude précédente. C'est-à-dire que la puissance était de 50 W, la vitesse de balayage de 500 mm/s et l'écart-vecteur de 60 μm . Ainsi, l'énergie surfacique vaut 1,67 MJ/m² ou 1,67 J/mm². Le nombre de couches est aussi de 26 et le substrat intermédiaire a été construit sur un substrat en Inconel 625 ayant subi le même sablage. Les caractéristiques de rugosité sont sensiblement identiques à celle données précédemment. Les paramètres mécaniques de mise en couches n'ont pas été modifiés ; l'épaisseur de couche est toujours de 30 μm avec un abaissement du piston de fabrication de 50 μm et un taux de compactage nul. Les mesures de dimensions ont encore été effectuées après attaque chimique à l'eau régale.

Deux valeurs d'écart-vecteurs ont été utilisées : 50 μm et 100 μm pour consolider dix cordons de 5 mm de longueur. Ces valeurs sont supposées être suffisantes pour que la définition de l'énergie surfacique s'applique bien.

Pour comparaison, une irradiation sur alliage massif a été aussi effectuée directement sur un substrat sablé en Inconel 625.

3.2.2.3. Résultats

La Figure 3.30 présente l'ensemble des surfaces obtenues après irradiation sur lit de poudre pour les quatre puissances utilisées précédemment et pour quatre vitesses de balayages : 100 mm/s, 250 mm/s, 500 mm/s et 750 mm/s. Les vitesses intermédiaires n'ont pas été utilisées car, du fait du recouvrement, elles n'auraient apporté que peu d'information sur l'évolution générale de l'intégrité de la surface. La vitesse de 1000 mm/s qui était la plus rapide utilisée précédemment n'a pas été réutilisée du fait du très mauvais comportement des cordons. La vitesse de 750 mm/s permet de combler l'écart entre 500 mm/s et 1000 mm/s. La Figure 3.30 montre que ces quatre vitesses sont finalement suffisantes pour observer le spectre du comportement des surfaces, quoiqu'une vitesse plus importante aurait pu être utile pour les deux plus grandes puissances.

Cette figure indique aussi dans quel sens a eu lieu la construction des surfaces. Celle-ci s'est faite de la gauche vers la droite, c'est-à-dire que le premier cordon est situé à la gauche de chaque surface et le dernier à la droite. Il est à noter que pour bon nombre de surfaces, ce premier cordon présente un comportement différent des neuf autres. Bien que ce ne soit pas bien mis en évidence sur cette figure, sa hauteur est supérieure au reste de la surface dans tous les cas. La stratégie de balayage employée pour la fabrication d'une pièce, et décrite au chapitre précédent, implique qu'au bout d'un certain nombre de couches l'ensemble du contour présente cette surépaisseur. Du fait de cette caractéristique, lorsque le rouleau passe au-dessus de la construction pour déposer une nouvelle couche, le frottement, si présent, se fait quasi-exclusivement au niveau des contours de la géométrie comme le montre la Figure 3.31. La différence de hauteur entre la construction et le premier cordon dépend de manière importante des paramètres d'irradiation employés. Si les paramètres de mise en couche sont bien optimisés et que le premier cordon est propre, c'est-à-dire continu donc non goutté, alors la construction peut se faire.

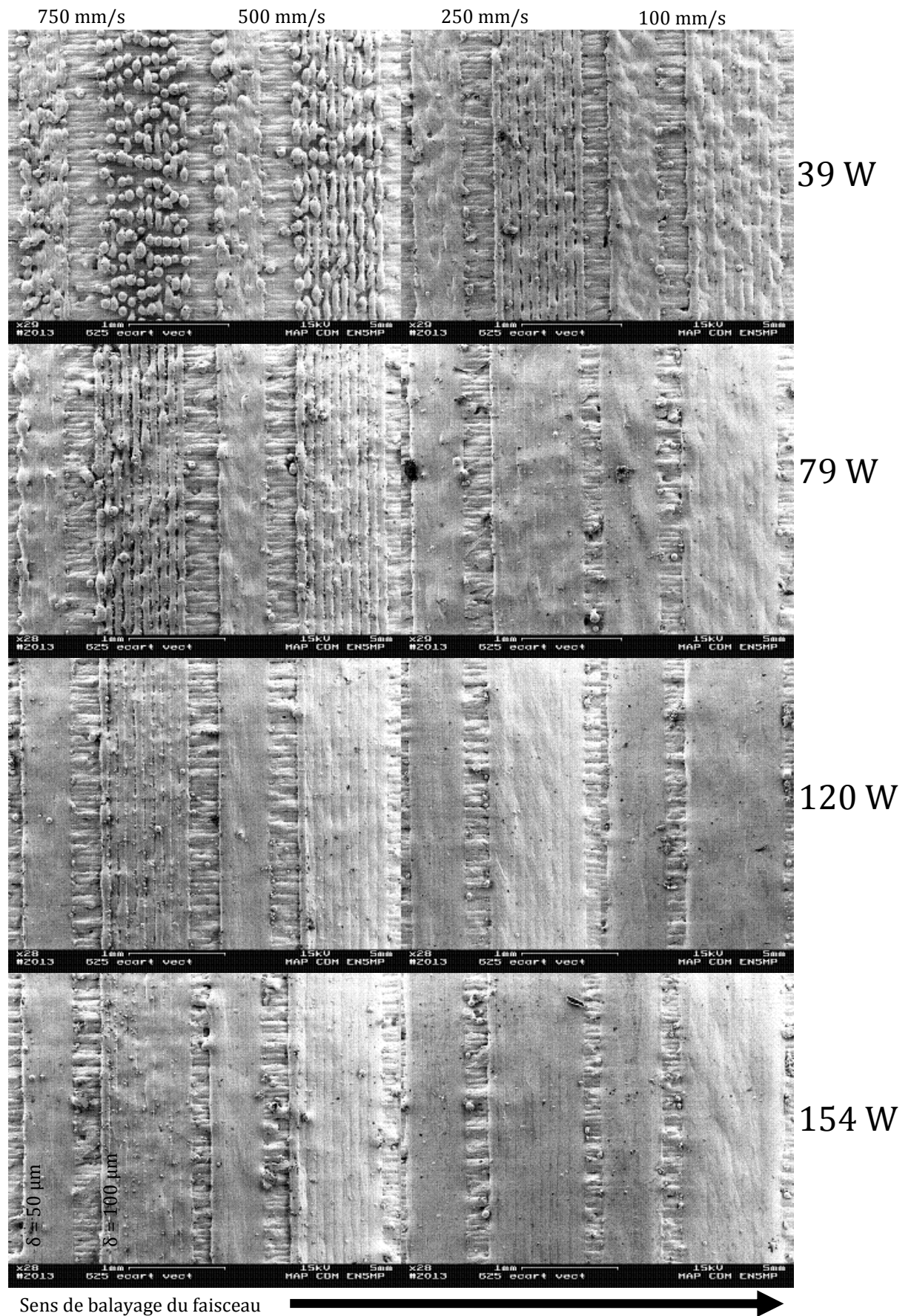


Figure 3.30 – Résultats expérimentaux des surfaces de dix cordons obtenues avec un écart-vecteur de 50 μm et de 100 μm (alternance dans ce sens, de gauche à droite).

Enfin, les surfaces peuvent présenter de toutes petites particules sphériques formant une irrégularité supplémentaire sur leur surface. Sur la [Figure 3.30](#), ces irrégularités sont surtout visibles pour un balayage à 750 mm/s et pour les puissances 120 W et 154 W. Pour certaines des autres surfaces, ces particules existent aussi mais le grossissement de la figure ne permet pas de le voir précisément soit parce que les surfaces sont peu lisses, soit parce que leur occurrence est faible. Ces fines particules collées à la surface traduiraient une éjection de matière pendant l'irradiation, laquelle serait d'autant plus importante que la vitesse de balayage serait grande.

La caractérisation morphologique extérieure des surfaces s'est faite en deux étapes. D'abord le premier cordon a été caractérisé selon trois qualificatifs : propre, oscillant et goutté. Un cordon oscillant est à un stade intermédiaire entre propre et goutté. Il n'est pas tout à fait continu avec des bords rectilignes et il n'est pas non plus formé d'une succession de gouttelettes. Cette caractérisation est subjective par nature, mais elle n'a pas une grande incidence sur les résultats.

La seconde étape est la caractérisation de la surface elle-même, par l'intermédiaire du comportement des cordons adjacents. Ces cordons sont refondus, contigus, espacés ou encore gouttés. La compréhension de ces adjectifs est immédiate et ils s'appliquent aussi bien à une observation de l'ensemble des cordons qu'aux sections droites. La [Figure 3.32](#) illustre ces appellations sur des sections droites. Certaines surfaces refondues sont oxydées et sont caractérisées comme telles. Ces sont les (deux) surfaces P79_V100, P120_V100, P154_V100 et P154_V250 ainsi que la surface P120_V250_δ50. Elles sont observables sur la [Figure 3.33](#) et signalées par un soulignage blanc en pointillés.

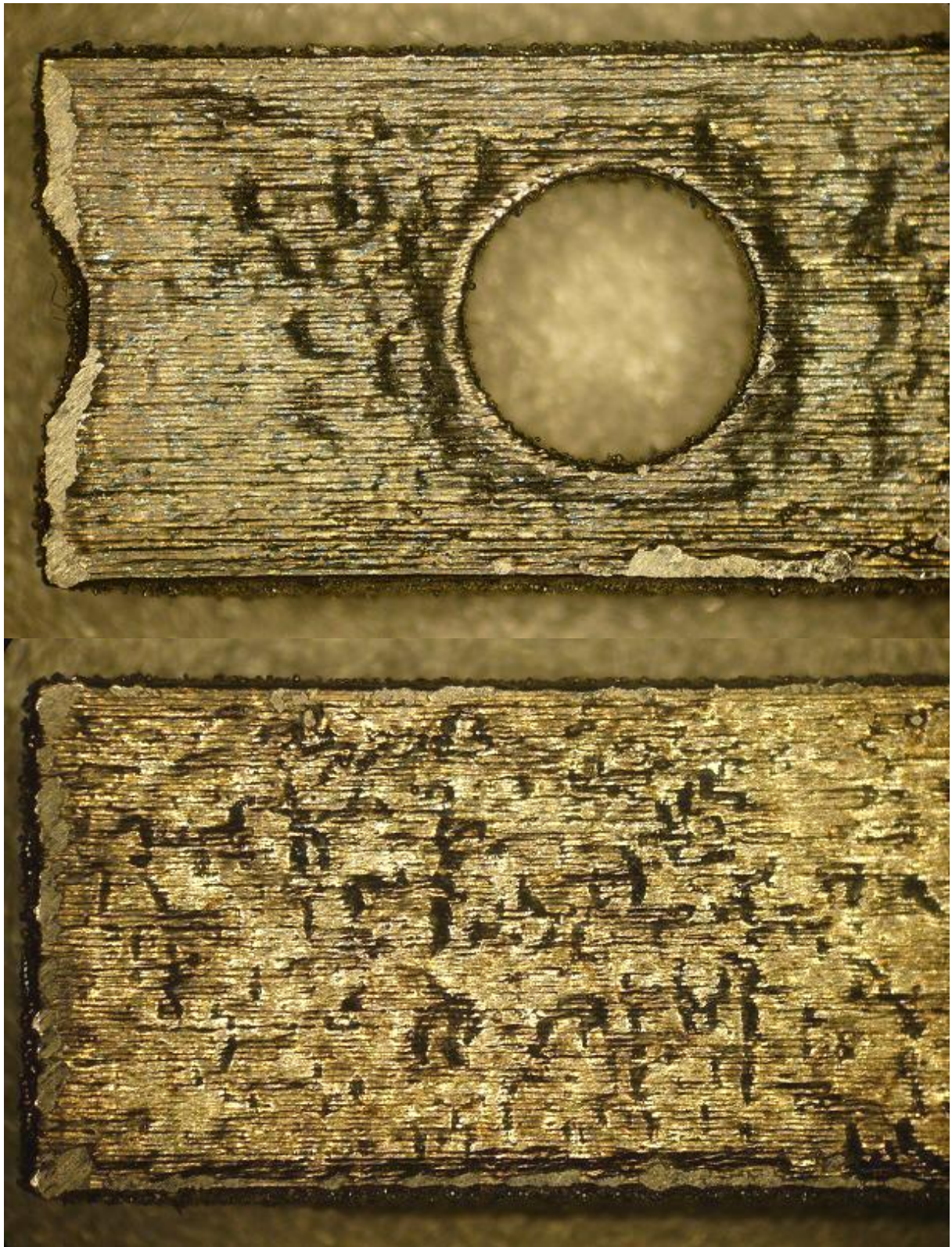


Figure 3.31 – Photographies de constructions interrompues illustrant le phénomène de frottement du rouleau au niveau du contour, en particulier sur les bords gauches et inférieurs des objets.

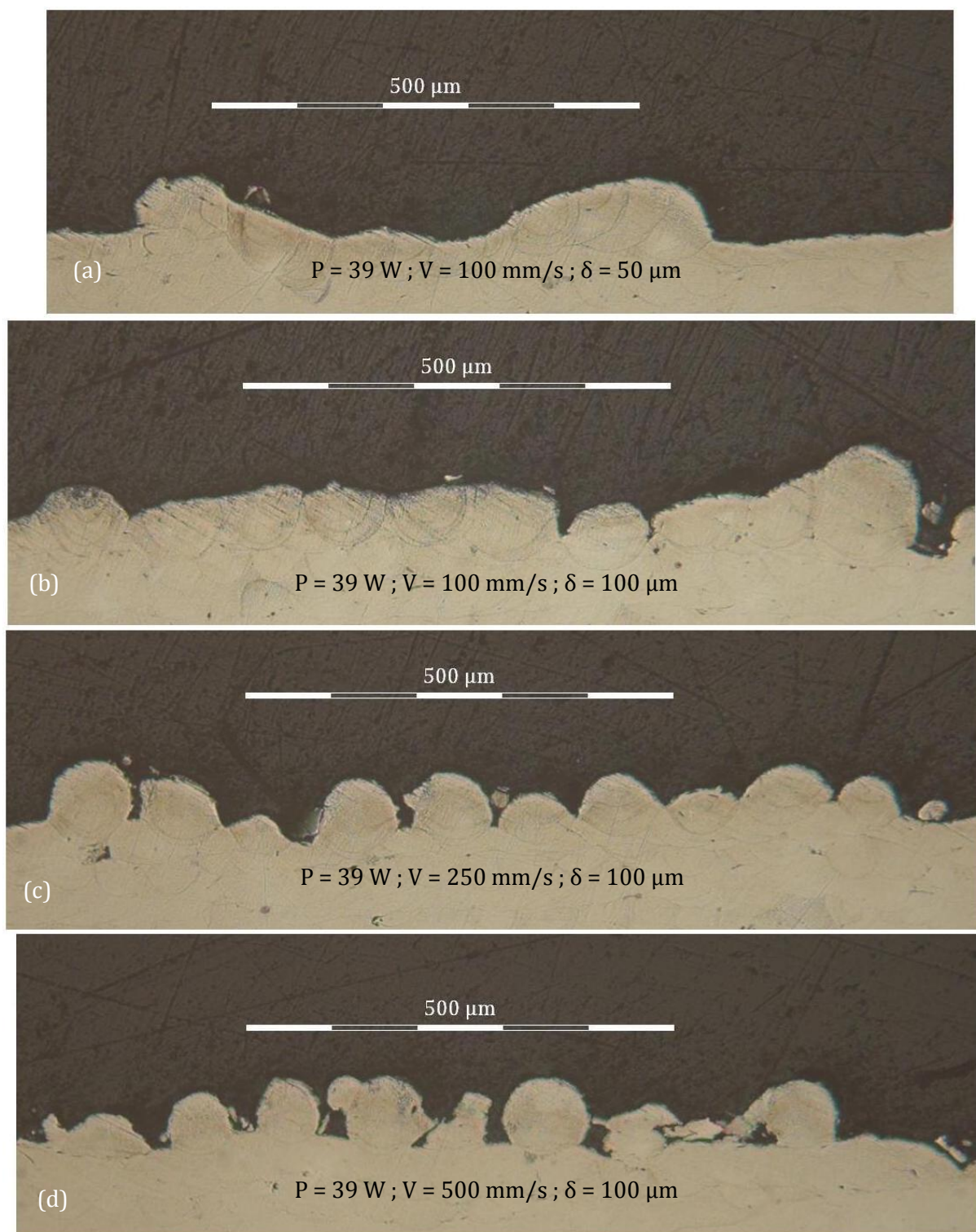


Figure 3.32 – Micrographie de certaines surfaces vues en coupe illustrant des cordons (a) refondus, (b) contigus, (c) espacés et (d) gouttelé. Tous les exemples proviennent des essais avec une puissance de 39 W.

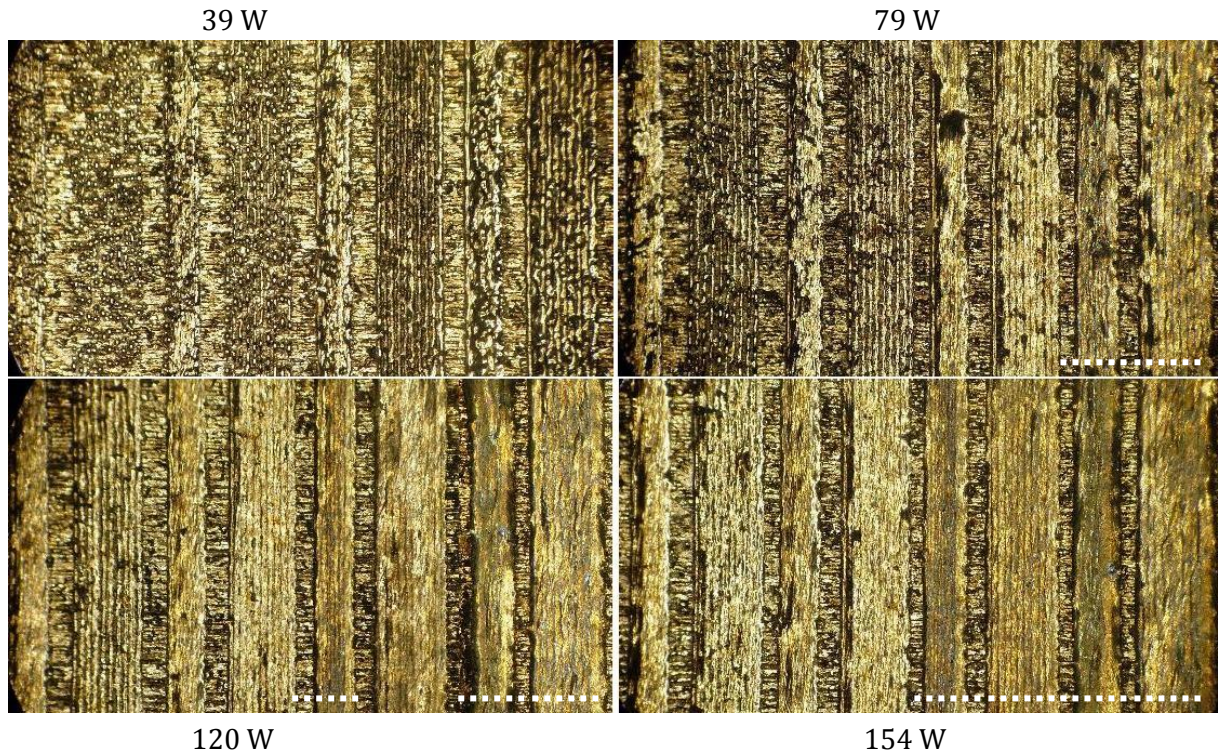


Figure 3.33 – Photographies des surfaces construites sur lit de poudre. Représentation optique des images électroniques de la Figure 3.30.

En plus de cette caractérisation, la zone fondue de certains cordons présentait une ou plusieurs cavités traduisant le piégeage d'un nuage de vapeurs métalliques dans le bain de fusion. Ce phénomène signale que l'énergie a été absorbée selon le mode en trou de serrure et que celle-ci était trop importante pour maintenir la santé de l'alliage. La présence de ces cavités coïncide toujours avec un cordon oxydé, sans que la réciproque ne soit vraie.

L'ensemble des résultats est représenté sur la Figure 3.34 sous la forme d'une cartographie pour chaque écart-vecteur. Il apparaît qu'un certain nombre de couples de paramètres puissance-vitesse de balayage, donnant de mauvais résultats dans l'étude sur monocordons, permettent maintenant d'obtenir une surface acceptable. Ainsi, pour un écart-vecteur de 50 μm , deux vitesses de balayage sont utilisables, 100 mm/s et 250 mm/s, pour une puissance de 39 W. De même, la vitesse de balayage de 750 mm/s qui semblait rejetée précédemment, donne ici de bons résultats pour les puissances élevées.

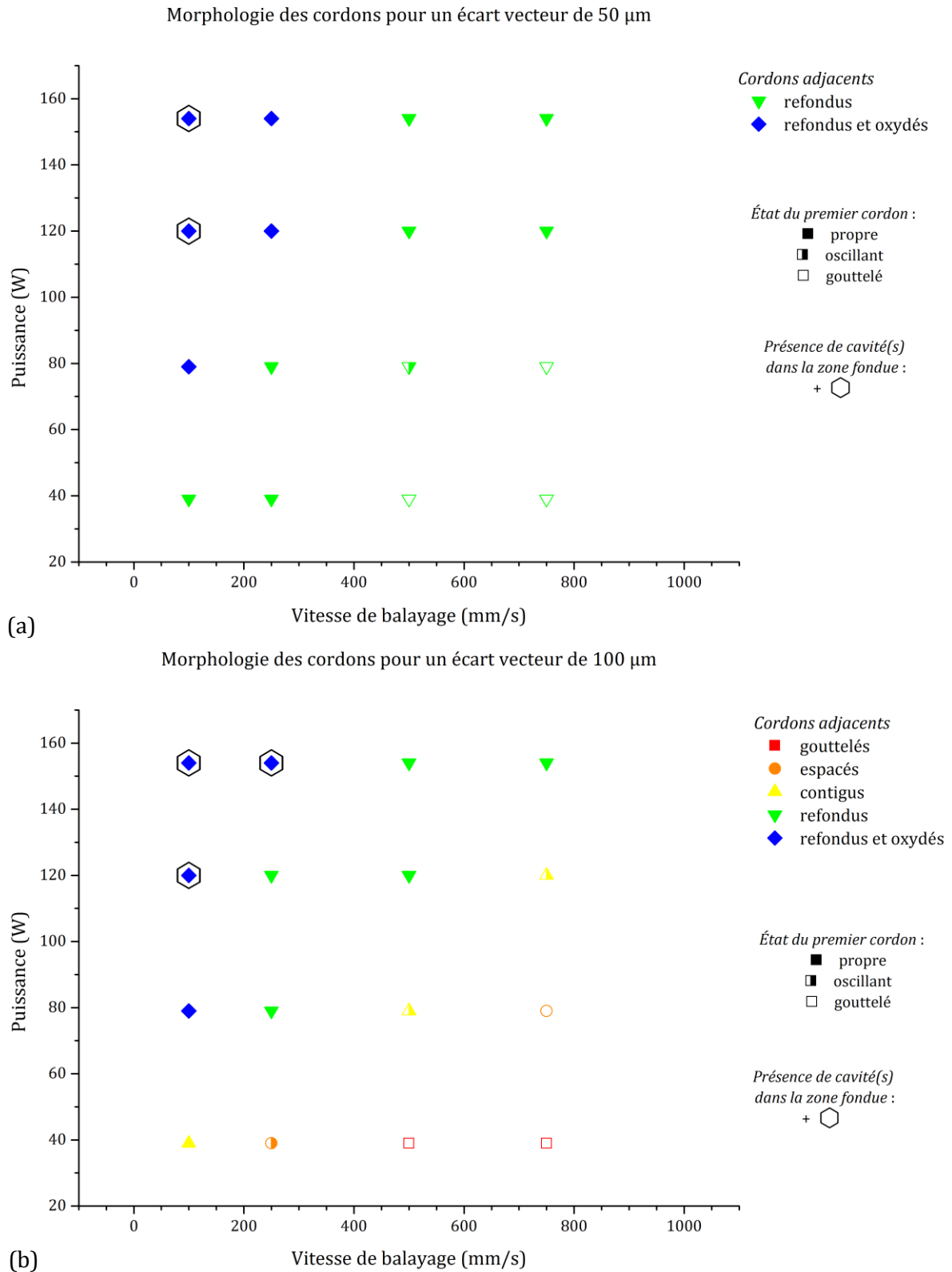


Figure 3.34 – Cartographie d'évaluation des surfaces consolidées en fonction de la puissance et de la vitesse de balayage du faisceau laser sur le lit de poudre pour un écart-vecteur de (a) 50 μm et (b) 100 μm . L'évaluation est faite en observant l'état du premier cordon, l'état de la surface, qui correspond exactement à son aspect en section droite, ainsi que la présence, ou non, de cavités dans la zone fondue.

La largeur de cordon a été mesurée pour tous les jeux de paramètres. Du fait du recouvrement, la plupart du temps seule la largeur du dernier cordon est entièrement mesurable. En tout état de cause, cela permet de prendre en compte l'effet thermique des cordons adjacents, même dans l'hypothèse où celui-ci serait négligeable. Dans le cas des surfaces gouttelées, c'est le diamètre des billes qui a été mesuré. Les résultats obtenus pour les deux valeurs d'écart-vecteurs sont donnés sur la Figure 3.35, et il apparaît que cette largeur varie très peu avec l'écart vecteur hormis pour le cas P154_V100 qui est le cas le plus énergétique.

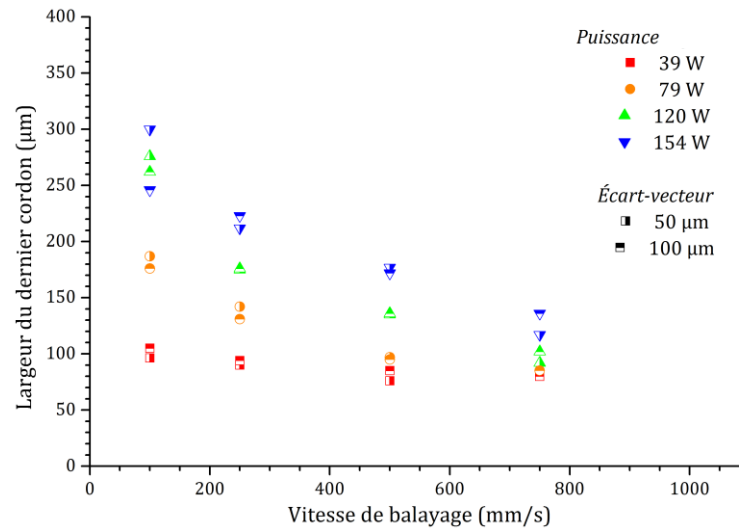


Figure 3.35 – Évolution de la largeur de cordon mesurée à partir du dernier cordon des surfaces en fonction de la vitesse de balayage.

La Figure 3.36 représente côte à côte les mesures obtenues à partir des monocordons et celles obtenues à partir du dernier cordon des surfaces. Le graphique donnant les résultats de l'irradiation sur lit de poudre a été épuré et ne contient plus que les valeurs correspondantes aux vitesses de 100 mm/s, 250 mm/s et 500 mm/s afin de faciliter la comparaison.

Ce graphique montre que les mesures effectuées à partir des surfaces, pour les deux écart-vecteurs, sont sensiblement identiques à celles obtenues avec les monocordons bien qu'elles prennent en compte l'effet du recouvrement. Cela signifie que lors de la consolidation d'une surface, l'effet thermique des cordons précédents n'a qu'une influence faible sur cette grandeur dans la majeure partie des cas. En fait, quelle que soit la valeur de l'écart-vecteur, à partir de 50 µm, celui-ci ne modifie pas sensiblement la largeur de la zone fondue. En dessous de 50 µm, les résultats ne permettent pas de conclure.

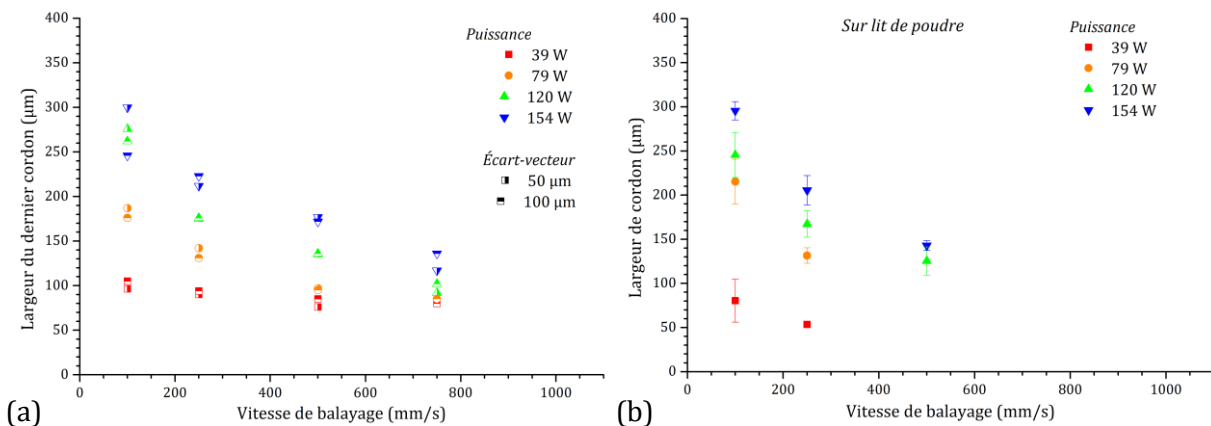


Figure 3.36 – Évolution de la largeur de cordon mesurée à partir (a) du dernier cordon des surfaces et (b) des monocordons sur lit de poudre en fonction de la vitesse de balayage.

La Figure 3.37 présente les mesures de profondeur de la zone de fusion. Pour une surface donnée, la profondeur de fusion n'est pas nécessairement la même pour chaque cordon. Elle dépend notamment du mode d'absorption du faisceau laser qui peut varier d'un cordon à l'autre comme l'indique la Figure 3.38 (b). Chaque point de la Figure 3.37 représente la valeur moyenne de la profondeur pour un jeu de paramètres donné, assortie de l'écart-type de la mesure.

Pour les surfaces gouttelées, la profondeur de fusion représente la hauteur maximale des gouttes sectionnées.

Les valeurs obtenues pour un balayage à 100 mm/s et des puissances de 120 W et 154 W présentent un écart-type particulièrement important car un grand nombre de cordons a une zone de fusion en trou de serrure, avec potentiellement une cavité. Cela traduit une certaine instabilité du procédé car la reproductibilité des cordons n'est pas complètement assurée.

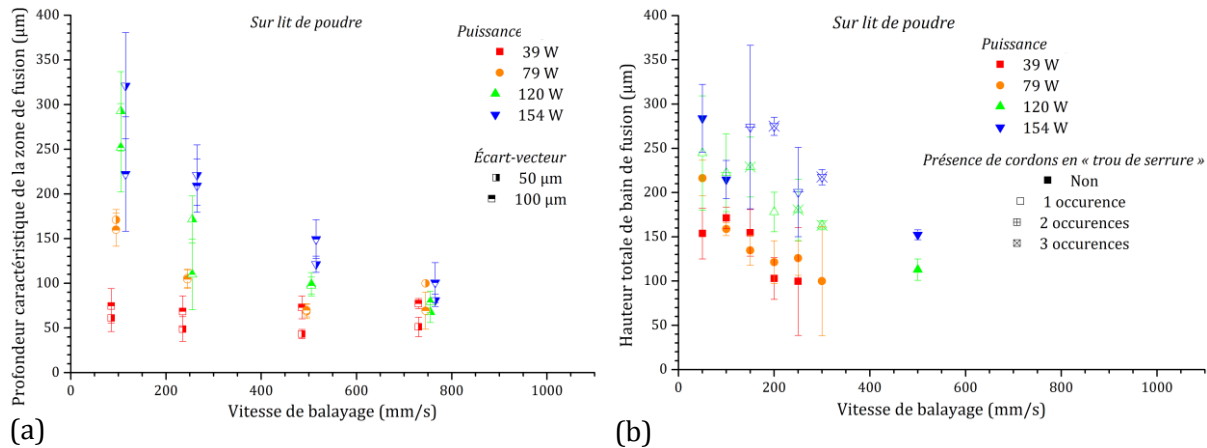


Figure 3.37 – Évolution de la profondeur de la zone fondue (a) du dernier cordon des surfaces et (b) des monocordons sur lit de poudre en fonction de la vitesse de balayage. Sur le graphique (a) les points correspondants aux différentes puissances sont légèrement décalés pour clarifier l'état de l'écart-type.

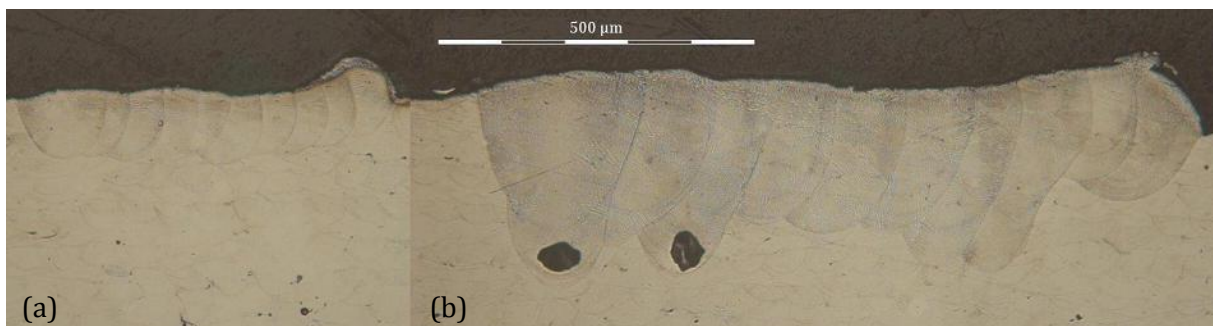


Figure 3.38 – Section droite des surfaces (a) P79_V250_δ50 et (b) P120_V100_δ100. Du fait du recouvrement, seule la largeur du dernier cordon, celui de gauche, est vraiment mesurable. Le premier cordon des deux surfaces, celui de droite, présente un caractère particulier au niveau de l'ancrage dans le substrat ainsi qu'au niveau de sa hauteur par rapport au reste de la construction. Enfin, les cordons de la surface (a) ont tous à peu près la même profondeur tandis que le comportement de ceux de la surface (b) varie d'un cordon à l'autre du fait du mode d'absorption différent. Cette variation illustre l'instabilité locale du procédé résultant d'un changement temporel de polarisation, de l'homogénéité du lit de poudre et du comportement singulier des réflexions multiples, des instabilités de la cavité laser, etc.

Cette figure montre aussi que la profondeur de fusion mesurée sur les monocordons correspond, dans une certaine mesure, aux valeurs obtenues à partir des surfaces sauf pour les quatre points susmentionnés et pour 39 W. Pour cette puissance, les points représentant les vitesses de 500 mm/s et 750 mm/s ne peuvent pas être comparés avec l'étude des monocordons, car ces derniers n'ont pas été mesurés, mais l'aspect des surfaces correspond car elles sont gouttelées. Pour le balayage à 100 mm/s, les surfaces présentent une fusion du substrat, comme l'indiquait la Figure 3.32, du fait de la fusion des cordons précédents, qui n'était

pas observée pour les monocordons. En fait, l'irradiation d'une surface implique un changement de comportement métallurgique, qui a déjà été observé sur les cartographies. Pour ce jeu de paramètres, il se traduit par la fusion du substrat. Le coût énergétique de la fusion du substrat étant important, à largeur de cordons sensiblement égale et à énergie linéique égale, la profondeur de la zone fondue est donc plus faible. Le balayage à 250 mm/s a un comportement identique pour la même raison.

Comme cette expérience avec écart-vecteur est plus représentative du procédé que les monocordons, ce sont ces valeurs qui seront utilisées pour déterminer le taux de recouvrement ou le nombre de couches refondues. Par exemple, pour le jeu de paramètres P154_V750_δ100, la profondeur de fusion est de 100 μm . En considérant que l'épaisseur de couche est de 30 μm , cela signifie que le laser fond le lit de poudre et refond un peu plus de deux couches. Pour le jeu de paramètres P79_V500_δ50, la profondeur de fusion est de 85 μm , ce qui aboutit au même nombre de couches refondues. En revanche, le jeu de paramètres P154_V100_δ50 donne une profondeur de fusion de 360 μm . Il permet de refondre onze couches, tout en ajoutant quelques cavités au passage...

La largeur des cordons, ainsi que la profondeur de fusion ont aussi été mesurées pour les surfaces résultant de l'irradiation de l'alliage massif. Les résultats sont représentés sur les Figure 3.39 et Figure 3.40, à côté des résultats obtenus sur lit de poudre.

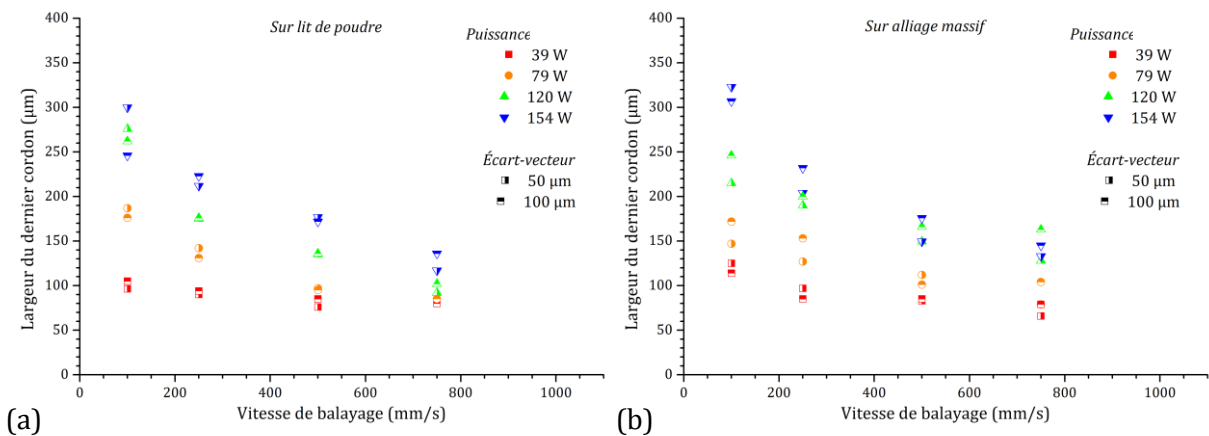


Figure 3.39 – Évolution de la largeur de la zone fondue du dernier cordon des surfaces après irradiation (a) sur lit de poudre et (b) sur alliage massif, en fonction de la vitesse de balayage.

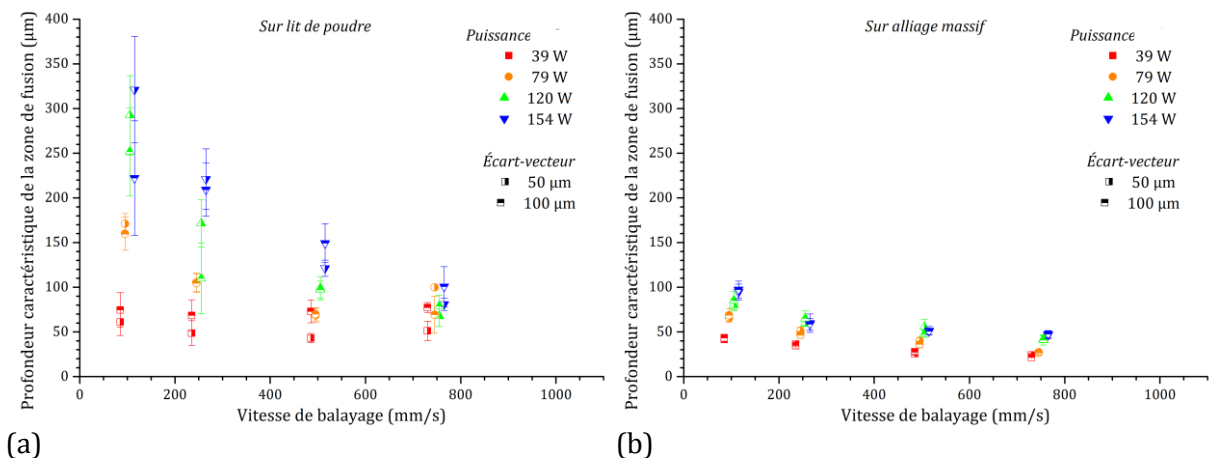


Figure 3.40 – Évolution de la profondeur caractéristique de la zone fondue des surfaces après irradiation (a) sur lit de poudre et (b) sur alliage massif, en fonction de la vitesse de balayage. Les points correspondant aux différentes puissances sont légèrement décalés pour clarifier l'état de l'écart-type.

La Figure 3.39 n'indique pas de variation majeure dans la largeur de cordon pour les deux cas. C'est-à-dire que, encore une fois, dans une telle configuration, la largeur du cordon ne semble être fonction que de la puissance et de la vitesse de balayage. L'état du substrat et l'écart vecteur n'influence pas cette grandeur.

Par contre, la Figure 3.40 indique que la profondeur caractéristique de la zone fondue est bien plus faible dans le cas du massif, et le phénomène d'absorption est bien plus stable au regard de l'écart-type. Comme la largeur de cordons est similaire dans les deux cas, cela signifie que l'alliage massif a absorbé moins d'énergie que le lit de poudre dans les mêmes conditions d'irradiations.

3.2.2.4. Considération énergétique

De manière analogue à l'étude sur monocordons, en observant la section fondue il est possible de calculer l'énergie nécessaire à la fusion du matériau par l'équation (3.9). La section fondue est simplement plus large qu'auparavant. Le volume est obtenu en extrudant mathématiquement la section droite sur une certaine longueur, au choix. Afin de calculer le rendement, il faut définir quelle est la quantité d'énergie qui a été utilisée. Ceci peut-être fait de deux façons.

La première façon consiste à utiliser la définition de l'énergie surfacique. Le produit de cette énergie surfacique par les dimensions de la surface donne l'énergie utilisée. Seule la largeur de la section droite est importante. La dimension perpendiculaire à la section droite doit être évidemment égale à celle utilisée dans le calcul du volume fondu lors de l'étape précédente.

La seconde façon consiste à considérer que la surface a été consolidée avec dix monocordons. La multiplication de l'énergie linéique et de la longueur de l'extrusion virtuelle définissant le volume donne l'énergie utilisée pour consolider un cordon. Sachant que la surface est constituée de dix cordons, le calcul de l'énergie totale utilisée est simple.

Dans les deux cas, le rapport de l'énergie nécessaire à l'énergie apportée par le faisceau laser aboutit à une valeur du rendement énergétique. Pour les courbes qui suivent, le résultat des deux méthodes est systématiquement donné.

À titre d'exemple, le cas P79_V100_850 sera traité. La section fondue de cette expérience a une surface de $100147 \mu\text{m}^2$. L'extrusion de cette section sur un mètre donne un volume fondu de $100147 \cdot 10^{-12} \text{ m}^3$. Compte tenu des propriétés du matériau et de l'équation (3.9), l'énergie nécessaire pour fondre ce volume vaut 826 J.

L'énergie surfacique vaut $15,8 \text{ MJ/m}^2$. La surface irradiée a une largeur d'environ $645 \mu\text{m}$. Du fait du calcul précédent, sa longueur sera fixée artificiellement à un mètre. La surface totale est donc égale à $645 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2$ et l'énergie apportée par le faisceau laser est de 10,2 kJ. Le rendement énergétique est alors d'environ 8,1 %.

Dans le second cas de figure, l'énergie linéique vaut 790 J/m et la longueur d'extrusion artificielle est toujours d'un mètre. Du fait des dix cordons utilisés, l'énergie totale apportée est de 7,9 kJ. Ainsi le rendement vaut 10,5 %.

Il est à noter que du fait du recouvrement des cordons, une partie de la matière a été fondue deux fois. D'un point de vue énergétique, cela peut s'apparenter à une perte d'énergie, participant à la chute du rendement, mais ce concept de recouvrement est primordial pour assurer une bonne liaison métallurgique entre les cordons, et limiter la formation de porosités entre cordons.

Il peut être aussi mentionné que lors de la construction de pièces, le faisceau laser refond plus ou moins le substrat. En d'autres termes, la matière constituant la pièce a été fondue au minimum deux fois dans la direction de fabrication, et jusqu'à plus de dix fois pour des énergies de faisceau très importantes. Là encore, l'énergie utilisée pour refondre la matière peut être vue comme une perte, mais elle est absolument nécessaire pour accrocher métallurgiquement les différentes couches.

Dans l'absolu, le second calcul semble plus rigoureux dans la mesure où il y a vraiment eu consolidation de dix cordons. La définition de l'énergie surfacique ne tient pas compte des effets de bords et la mesure de la largeur de la zone fondue est toujours entachée d'une certaine erreur. La Figure 3.41 présente le résultat du calcul du rendement par les deux méthodes pour tous les cordons en fonction de la vitesse de balayage. Il apparaît tout de suite que la définition du rendement ne change pas fondamentalement le résultat. L'écart entre les deux méthodes est au maximum de 5 % et en moyenne de 1,5 %. Cela indique que la définition de l'énergie surfacique proposée est tout à fait légitime pour de telles surfaces, ainsi que le calcul du rendement.

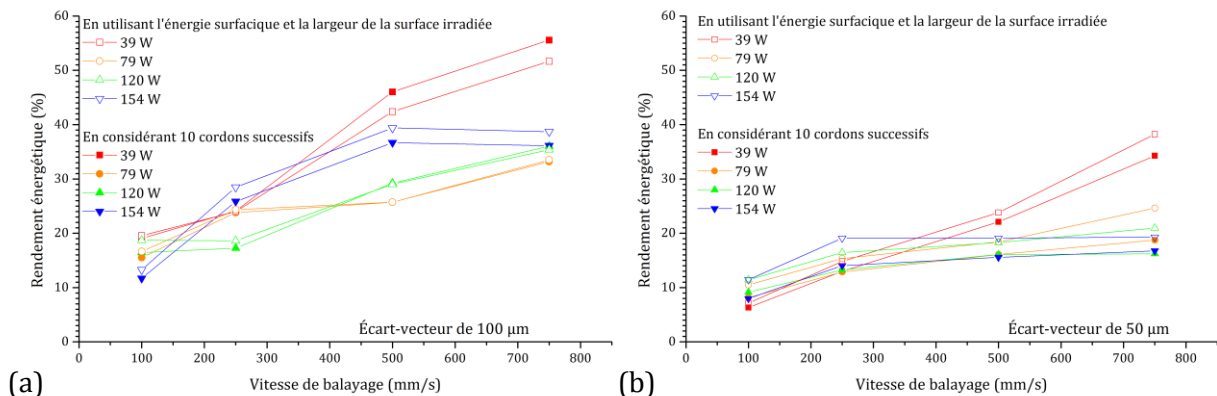


Figure 3.41 – Évolution du rendement énergétique en fonction de la vitesse de balayage pour les essais avec un écart vecteur de (a) 50 µm et (b) 100 µm. Le résultat des deux méthodes de calcul est représenté.

Pour le cas où l'écart-vecteur est de 50 µm, le rendement n'excède 20 % que pour 500 mm/s et 750 mm/s, lorsque le premier cordon est goutté. Ce faible rendement provient de la fusion des cordons déjà consolidés ce qui aboutit à un *gaspillage énergétique* dans la mesure où l'énergie ne sert pas à agrandir la zone fondue. Pour l'écart-vecteur de 100 µm, le rendement général est plus important car cette fois-ci l'énergie sert à agrandir la section fondue. Les plus hauts rendements sont encore pour la puissance de 39 W et toujours pour la même raison ; les surfaces sont gouttelées, le substrat n'a presque pas fondu.

Lors de la fusion du lit de poudre sous forme de segment, il a été vu que le rendement énergétique évoluait de manière décroissante avec l'énergie linéique et que les points semblaient tous se placer selon la même courbe. La Figure 3.42, qui représente le rendement en fonction de l'énergie surfacique, montre exactement la même caractéristique.

Le second graphique indique que pour une énergie surfacique inférieure ou égale à 2 MJ/m², les surfaces ne sont pas continues. Lorsque l'énergie surfacique est supérieure à 6 MJ/m², les surfaces sont oxydées. À partir de 12 MJ/m², la zone fondue fait état d'une cavité caractéristique d'une fusion par le mode en trou de serrure avec une énergie trop importante. Pour avoir une surface propre et avec des cordons refondus, il est préférable de travailler avec une énergie surfacique comprise entre 2 MJ/m² et 6 MJ/m². Le premier graphique indique que dans cette zone de travail le rendement est meilleur avec les fortes puissances. Les points les plus hauts sont en effet pour 154 W et 120 W. Les deux surfaces à 154 W ont été construites avec un écart vecteur de 100 µm. Cela signifie que le point à 2 MJ/m² correspond à un balayage à 750 mm/s et que le point à 3 MJ/m² correspond à un balayage à 500 mm/s. Pour la faible différence de rendement entre ces deux vitesses, la plus élevée permet d'utiliser une énergie plus faible et assure une fabrication plus rapide. C'est donc le jeu de paramètres le plus intéressant.

Il est possible de représenter ces données sous une autre forme, en plaçant sur l'axe des abscisses le taux de recouvrement. Pour les calculs du taux de recouvrement, la largeur des cordons qui a été prise est celle présentée sur la Figure 3.36 (a). Les résultats sont portés sur la Figure 3.43.

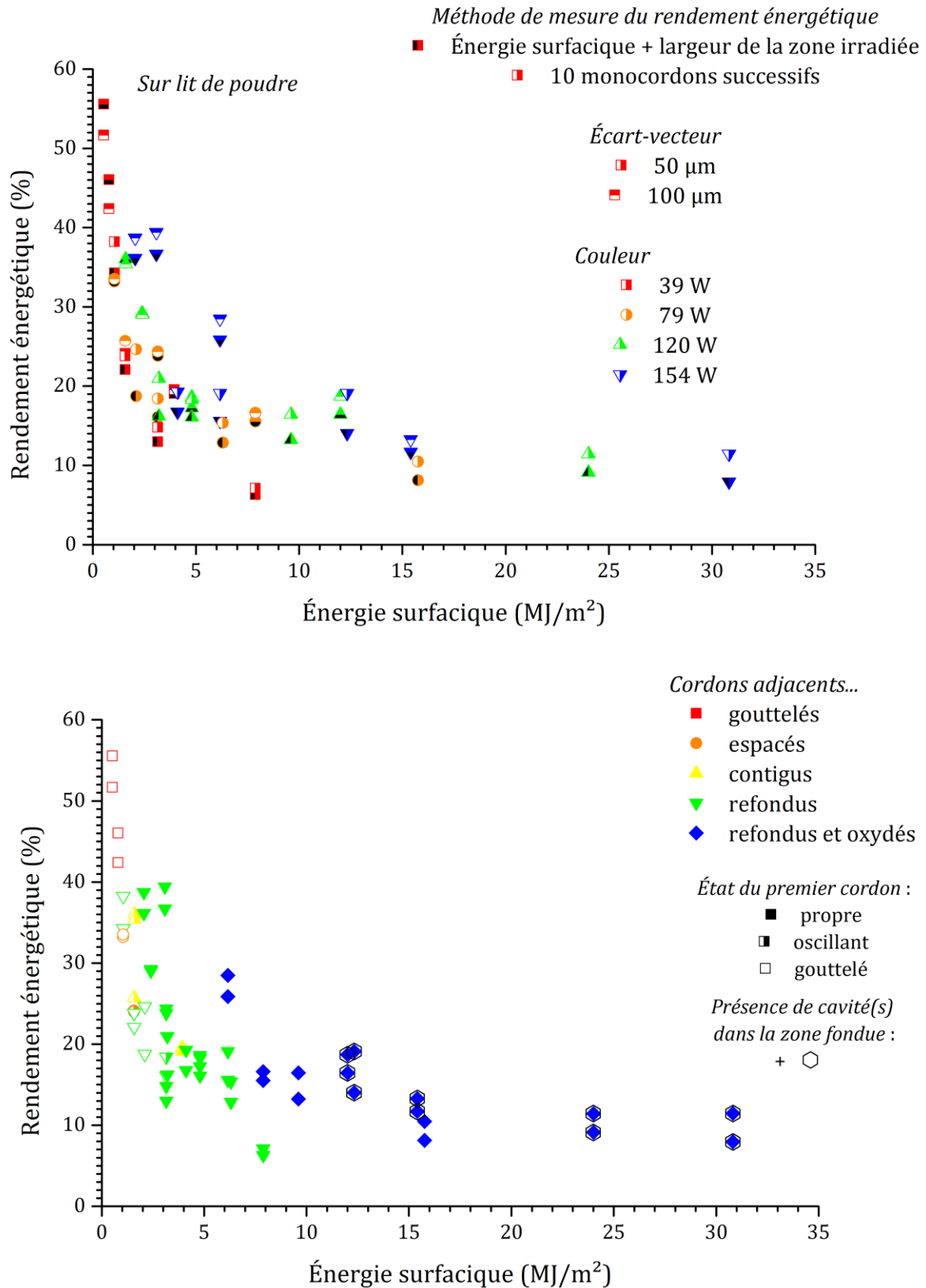


Figure 3.42 – Évolution du rendement énergétique pour les surfaces fabriquées en fonction de l'énergie surfacique.

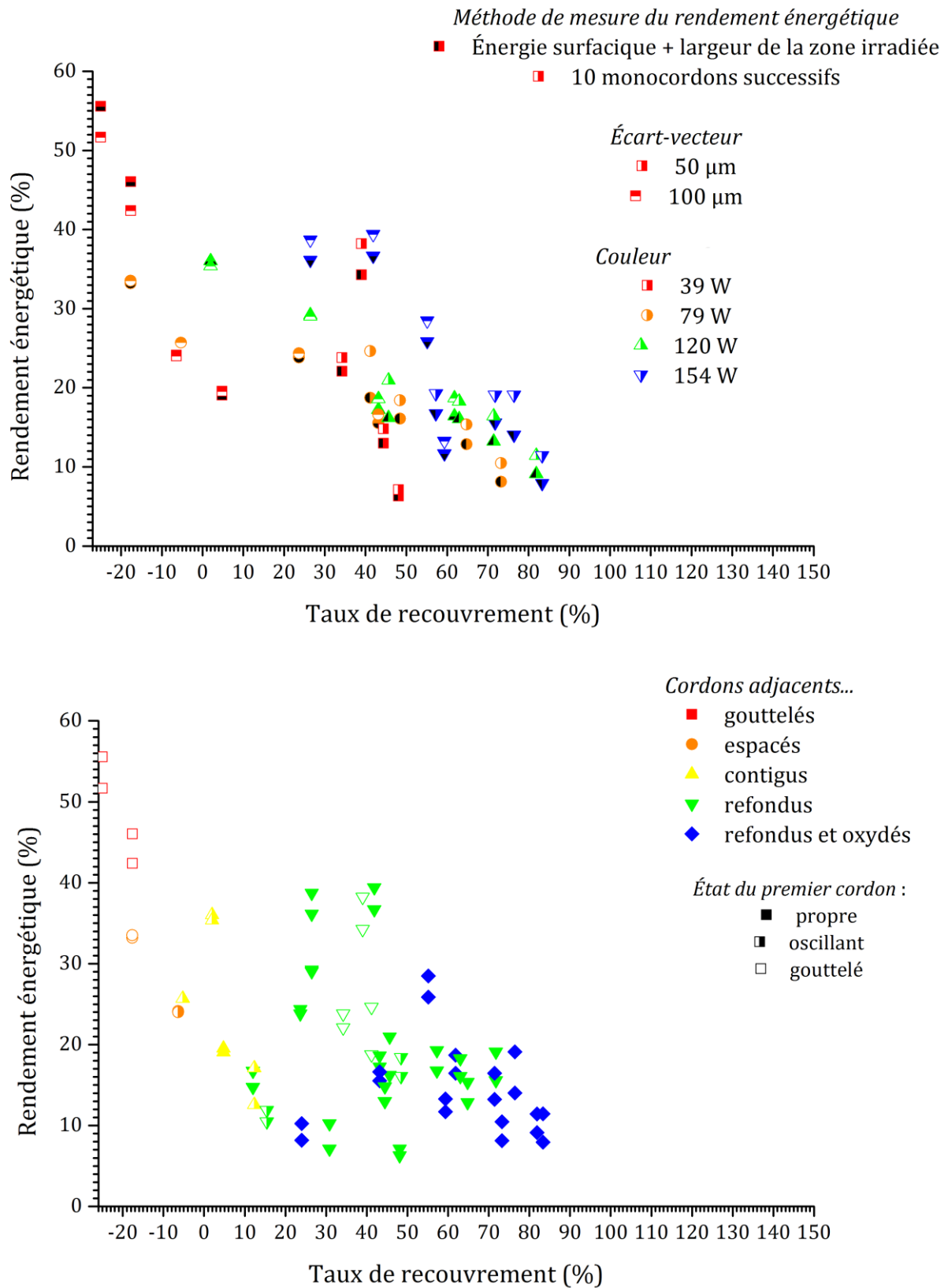


Figure 3.43 – Évolution du rendement énergétique pour les surfaces fabriquées en fonction du taux de recouvrement.

Le premier graphique de la [Figure 3.43](#) montre que lorsque l'écart-vecteur est très important par rapport à la largeur du cordon, c'est-à-dire que le taux de recouvrement est négatif, le rendement énergétique de l'élaboration des surfaces évolue entre 20 % et 50 %. Ces résultats sont cohérents avec l'étude sur monocordons qui fait aussi état d'un rendement compris entre 20 % et 50 %. À mesure que le taux de recouvrement tend vers 0, globalement le rendement diminue. Cette diminution accompagne très exactement l'augmentation de l'énergie linéique pour 39 W.

Même pour un taux de recouvrement positif, la diminution du rendement est observée, pour toutes les puissances, lorsque le taux s'approche de 100 %. Deux raisons, déjà exprimées précédemment, permettent d'expliquer cette évolution. Il s'agit du fait que l'irradiation de la partie consolidée du cordon est peu efficace. La seconde est le fait qu'il y a un *gaspillage énergétique* dans le sens où l'énergie ne sert pas à étendre la surface, mais à refondre continuellement la même zone. Il est donc préférable de réduire le plus possible le taux de recouvrement afin de minimiser les pertes d'énergie. Cette augmentation de l'écart vecteur a aussi pour intérêt une fabrication plus rapide, en limitant le nombre de passages à effectuer sur la surface.

Le second graphique montre la hiérarchisation des qualificatifs des cordons en fonction du taux de recouvrement. Les cordons sont espacés ou gouttelés lorsque l'écart-vecteur est inférieur à -10 % tandis que les cordons contigus ont un taux de recouvrement compris entre -10 % et 15 %. Au-delà, les cordons sont refondus. Il est constaté que pour un taux de recouvrement supérieur à 70 %, les cordons étaient tous oxydés. Malgré la présence de surfaces oxydées à 25 % et 44 % et de cordons contigus à 13 %, des cordons simplement refondus peuvent être obtenus pour une gamme de taux de recouvrement variant entre 10 % et 70 %.

Ce qui sort de cette figure est que le jeu de paramètres P154_V750_δ100 est le jeu qui allie à la fois une bonne morphologie pour les surfaces construites et un des rendements les plus élevés pour un taux de recouvrement faible. Ce jeu de paramètres est celui qui a déjà été identifié avec la figure précédente. La grandeur « taux de recouvrement » est finalement une donnée secondaire, non nécessaire au choix d'un jeu de paramètres, d'autant que ce n'est pas un paramètre opératoire direct car il nécessite la mesure de la largeur de cordon pour sa détermination. La connaissance de cette largeur reste toutefois nécessaire pour améliorer la précision dimensionnelle latérale du procédé.

Pour finir, la [Figure 3.44](#) présente, côte à côte, le rendement énergétique de la fusion des surfaces sur alliage massif et sur lit de poudre. Comme attendu, le rendement sur alliage massif est plus faible que celui sur lit de poudre ; cette observation avait déjà été faite pour les monocordons. Toutefois, les deux courbes présentent maintenant la même allure.

Une telle différence dans les dimensions de la zone fondue reflète un comportement totalement différent de l'alliage face au faisceau. Une partie de cette différence s'explique par la difficulté des photons laser à sortir du lit de poudre à l'issue des réflexions multiples. Ceux-ci se propagent dans le lit de poudre et finissent par être absorbés par les particules. La deuxième partie de l'explication réside dans le caractère discontinu du lit de poudre. Les particules de poudre sont suffisamment petites et la conduction thermique entre elles suffisamment faible pour leur assurer un chauffage et une fusion rapide. À mesure que l'alliage chauffe, et finalement fond, l'absorption de l'onde électromagnétique augmente. Une plus grande quantité de matière peut être chauffée pour être fondue, et les dimensions de la zone de fusion sont plus grandes que dans le cas de l'irradiation sur massif. En outre, l'absorption énergétique du lit de poudre peut être telle qu'elle aboutit à une vaporisation de l'alliage, et par suite à une fusion selon le mode en trou de serrure, avec une énergie beaucoup plus faible que pour l'alliage massif.

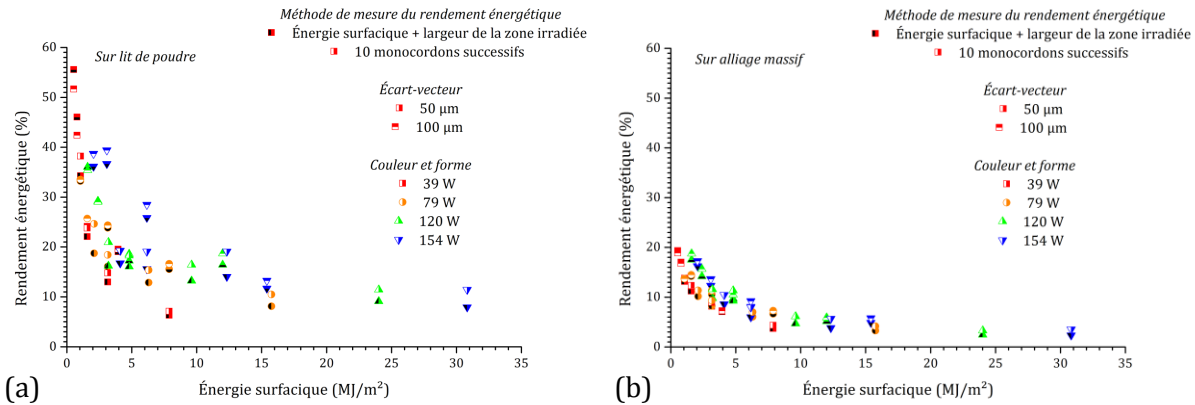


Figure 3.44 – Évolution du rendement énergétique de fusion après irradiation laser sur une surface en fonction de l'énergie surfacique pour (a) le lit de poudre et (b) l'alliage massif.

Après une présentation physique et thermique des particules de poudre d'Inconel 625 utilisées pour l'étude paramétrique, ce chapitre s'est attaché à décrire précisément les différentes étapes de cette étude afin de déterminer une zone opératoire optimale pour la fabrication de pièces.

En fin de compte, les résultats de l'étude paramétrique avec des cordons « unidimensionnels » laisse entrevoir cette étude comme superflue, voire inutile, dans la recherche de paramètres opératoires pour des constructions saines. En effet, certains jeux de paramètres qui sont efficaces pour construire sont rejetés par les résultats de cette étude. Les données qui peuvent être intéressantes, comme la profondeur du bain de fusion, afin de connaître le nombre de couches refondues ou encore la largeur des cordons pour affiner le respect des dimensions latérales d'une pièce peuvent se faire directement à partir de l'étude prenant en compte l'écart-vecteur, en observant le dernier cordon solidifié. En outre, ces dimensions et le comportement thermique de l'alliage sous irradiation laser, observés avec l'écart-vecteur, traduisent plus fidèlement le comportement réel de l'alliage qui apparaîtrait pendant la construction. Il reste malgré tout un cas où une telle étude unidimensionnelle s'avérerait utile : lorsqu'il faut construire une pièce dont un détail est si fin que seule une superposition de monocordons permette de la réaliser.

L'étude de l'influence de l'écart-vecteur a mis en évidence le comportement singulier du premier cordon consolidé notamment au niveau de sa hauteur, appuyant un peu plus les réserves émises sur l'étude « unidimensionnelle ». Du fait que, pendant la construction d'une pièce, la vectrice « direction de balayage » tourne de 90° à chaque nouvelle couche, il est assez logique que tous les bords d'une construction présentent une surépaisseur. Quelle que soit la pièce fabriquée, cette surépaisseur du contour a toujours été notée, dans une mesure plus ou moins conséquente selon les paramètres d'irradiation utilisés. Cela permet de souligner l'importance du bon choix des paramètres mécaniques de mise en couche, qui influencent la hauteur du cordon, comme l'ont montré les modèles du chapitre 2. Ces paramètres doivent limiter au maximum la hauteur des cordons de telle sorte que même le comportement en début de surface ne gêne pas le passage du rouleau.

D'autre part, les résultats de cette étude indiquent que le rendement énergétique de la fusion du lit de poudre est meilleur que celui de la fusion de l'alliage massif. En effet, le jeu de paramètres choisi pour la construction de pièces possède un rendement énergétique compris entre 35 % et 40 % tandis que le rendement sur alliage massif ne dépasse guère 20 %.

La conduction thermique de l'alliage massif est plus importante que celle du lit de poudre, notamment du fait du caractère discret de celui-ci, donc la densité de puissance nécessaire à la fusion du massif est plus difficilement atteignable. En tenant compte, en plus, de la réflectivité importante de l'alliage massif sa fusion est plus lente que celle du lit de poudre. Cet effet est

accentué par la petitesse des particules, c'est-à-dire la nécessité d'absorber une énergie faible pour fondre, ainsi que la conservation de l'énergie électromagnétique au sein du lit de poudre du fait des réflexions multiples. Comme l'absorptivité du faisceau augmente avec la température du matériau, plus celle-ci monte vite, plus l'alliage peut absorber d'énergie. Au final, le lit de poudre atteint la fusion plus rapidement et absorbe donc plus d'énergie que l'alliage massif, dans des conditions d'irradiations identiques.

La largeur des cordons est toutefois similaire dans les deux cas. Si l'énergie est transmise au matériau massif principalement par conduction, elle est transmise par réflexion dans le lit de poudre puis par conduction une fois qu'il est fondu. Dans les conditions de l'étude, les deux phénomènes aboutissent à la même largeur fondue. S'il y a une différence d'énergie absorbée, elle se retrouve dans la profondeur de la zone fondue. De fait, le procédé aboutit à des cordons propres lorsque l'absorption du faisceau se fait par le mode en trou de serrure.

Les résultats indiquent aussi que le rendement énergétique de la fusion des surfaces est meilleur pour les petites énergies linéiques que pour les grandes. Ceci s'explique principalement par le fait que pour les grandes énergies linéiques le recouvrement utilisé est inutilement important. Le laser refond plusieurs fois la même zone et donc l'énergie est utilisée moins efficacement. Pour le cas du lit de poudre, il y a deux cas d'énergie linéique faible à considérer.

Lorsque la puissance est faible, le substrat du lit de poudre ne peut fondre et le cordon liquide cylindrique qui est à sa surface est déstabilisé par les forces de tension de surface. Le cordon se sépare en petites gouttelettes espacées régulièrement. Après la coupe du cordon, la section droite peut présenter un disque traduisant la présence d'une gouttelette ou bien rien, c'est-à-dire que la coupe s'est faite entre deux gouttelettes. Par expérience, la coupe a plutôt lieu dans une goutte. Le fait d'extruder mathématiquement la section fondue pour le calcul du rendement a plutôt tendance à surestimer le résultat du calcul.

Pour les énergies linéiques faibles mais de puissance forte, le phénomène de déséquilibre du cordon n'apparaît pas, et le rendement reste plus important qu'après irradiation sur massif. Il y a donc un bon rendement non seulement en raison du faible taux de recouvrement, mais aussi du fait de la bonne absorption électromagnétique par le lit de poudre.

Finalement, l'étude sur écart-vecteur aurait pu être plus complète en ajoutant quelques valeurs intermédiaires entre 50 μm et 100 μm , voire au-delà, afin d'affiner le choix des jeux de paramètres potentiels. Les résultats présentés permettent tout de même d'observer la tendance générale. Pour les différentes expériences, la représentation du rendement énergétique en fonction de l'énergie surfacique, indexé par l'état des cordons, a permis de déduire des jeux de paramètres utilisables et notamment P154_V750_δ100 qui présente un rendement énergétique élevé.

Il reste à rappeler que les résultats obtenus, notamment avec l'irradiation du lit de poudre, que ce soit pour les monocordons ou les surfaces, sont caractéristiques du matériau, de l'épaisseur de couche, des paramètres de mise en couche, de la distribution granulométrique de la poudre, de la pression partielle d'oxygène dans l'atmosphère protectrice, de la longueur d'onde de la radiation laser, de la distribution de la puissance par le faisceau, etc. Toute modification de ces paramètres, entraîne nécessairement une modification, plus ou moins significative, des jeux de paramètres utilisables. Ainsi le jeu de paramètres donné précédemment n'est valable que pour les présentes distribution granulométrique et conditions d'élaboration.

RÉFÉRENCES

- [AZO13] Azom, <http://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=916>, consulté en mai 2013
- [CAZ94] Rolant Cazes, *Soudage par faisceaux à haute énergie : faisceau d'électrons et laser*, Techniques de l'Ingénieur, B7740, (10 mai 1994)
- [CHE11] Hui-Chi Chen, Andrew J. Pinkerton and Lin Li, Fibre laser welding of dissimilar alloys of Ti-6Al-4V and Inconel 718 for aerospace applications, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, Vol. 52, N. 9-12, 977-987, (February 2011)
- [COU87] I. Coumes, R. Hamar, S. Hamar-Thibault, Simulation thermique d'expérience d'analyse thermique différentielle, *Journal of Thermal Analysis* Vol 32, pp. 425-433, (1987)
- [DUF82] Francis Duflos, Jean-François Stohr, Comparison of the quench rates attained in gas-atomized powders and melt-spun ribbons of Co- and Ni- base superalloys: influence on resulting microstructures, *Journal of Materials Science*, Volume 17 pp. 3641-3652, (1982)
- [DUP09] Camille Duprat, *Instabilités d'un film liquide en écoulement sur une fibre verticale*, Thèse dirigée par M. Rabaud et F. Giorgiutti-Dauphiné, Physique des liquides, Université de Paris 6, (7 octobre 2009), [*](#)
- [FRE93] A. Frenk and W. Kurz, High speed laser cladding: solidification conditions and microstructure of a cobalt-based alloy, *Materials Science and Engineering*, A173, pp. 339-342, (1993)
- [LID07] David R. Lide, *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, 87th edition, (2006-2007)
- [PIC12] François Pichot, Développement d'une méthode numérique pour la prédiction des dimensions d'un cordon de soudure TIG : Application aux superalliages bases cobalt et nickel, Thèse dirigée par Michel Danis et Eric Lacoste, Mécanique et Ingénierie, Université Bordeaux 1, (12 Février 2012), [*](#)
- [REA13] READE, <http://www.reade.com/contact/619-nickel-chromium-alloy-nicr?format=pdf>, consulté en mai 2013
- [ROM06] M. Rombouts *et al.*, *Fundamentals of selective laser melting of alloyed steel powders*, CIRP Annals – Manufacturing Technology 55, 187-192, (2006)
- [ROY14] Frederic Royer, Yves Bienvenu, Study of the departure from equilibrium and of the thermal behavior of Ni-based superally powders and dense materials manufactured by selective laser melting, en attente de publication (2014)
- [SPE06] Special Metals, Inconel 625 datasheet, (Jan 2006), specialmetals.com
- [STE91] William M. Steen, *Laser Material Processing*, Springer-Verlag, 1991

4. LE CAS 625	156
4.1. DESCRIPTION DE L'INCONEL 625.....	156
4.1.1. Présentation et applications du matériau	156
4.1.2. Description générale de la microstructure	157
4.1.2.1. Formation des phases à la solidification	158
4.1.2.2. Évolution de la microstructure avec les traitements thermiques.....	159
4.1.2.3. Microstructure et propriétés mécaniques.....	161
4.1.2.4. Inconel 625 après fabrication additive	162
4.2. INTÉRÊT DU MATÉRIAU ET OBJECTIF DANS LE PROJET MERLIN.....	163
4.2.1. Présentation du blindage	163
4.2.2. Étude bibliographique sur la composition et la structure d'un blindage...	164
4.2.3. Méthodologie employée pour l'optimisation topologique.....	167
4.2.4. Simulation d'essai de flexion	171
4.3. ÉTUDE DU MATÉRIAU MASSIF ÉLABORÉ PAR SLM	174
4.3.1. Conditions expérimentales de l'étude.....	174
4.3.2. Calcul de rendement énergétique théorique.....	175
4.3.3. Porosité des murs	176
4.3.4. Microstructure et vitesse de solidification.....	178
4.3.4.1. Vitesse de solidification de la poudre.....	179
4.3.4.2. Vitesse de solidification du matériau SLM.....	180
4.3.5. Détermination de la texture des grains par EBSD	181
4.3.6. Mesures de dureté	190
4.3.7. Propriétés mécaniques en traction	191
RÉFÉRENCES.....	198

4. LE CAS 625

À la suite de l'étude paramétrique, des jeux de paramètres adéquats pour produire des pièces saines, ou potentiellement saines, ont été déterminés. Après une rapide présentation bibliographique de l'alliage, ce chapitre détaillera l'objectif du travail sur ce matériau au sein du projet Merlin en présentant la méthodologie employée pour l'optimisation topologique. Enfin, ce chapitre s'achèvera avec une caractérisation des matériaux produits. Cette caractérisation concerne la microstructure par l'intermédiaire de la porosité, des phases présentes, de la taille des grains et de leur orientation cristalline. Des essais de traction seront présentés et mis en lien avec les résultats précédents.

Le lecteur familier avec les superalliages à base nickel pourra directement commencer la lecture au paragraphe 4.2.

4.1. DESCRIPTION DE L'INCONEL 625

4.1.1. Présentation et applications du matériau

L'Inconel 625 est un superalliage à base nickel riche en chrome. Il est largement employé du fait de sa bonne résistance mécanique et de son excellente résistance à la corrosion. Sa facilité d'utilisation en usinage ou lors de la réalisation d'assemblages soudés ainsi que sa large gamme de température de service allant des cryogéniques (inférieures à -150°C) jusqu'à 980°C en fait un matériau polyvalent et utilisé pour de nombreuses applications.

La bonne résistance mécanique de l'Inconel 625 provient de sa composition chimique et notamment des principaux éléments d'alliages, chrome, fer, molybdène et niobium qui renforcent la solution solide à base nickel, de structure cubique à face centrée. La composition nominale de l'alliage ainsi que la composition des particules de poudre de cette étude est donnée dans le [Tableau 4.1](#). La composition de l'alliage élaboré par fusion sélective, qui pourrait être différente de celle de la poudre du fait de l'évaporation de certains éléments pendant le procédé, n'a pas été déterminée. Il est à noter la faible proportion d'aluminium et de titane présente dans la poudre. Comme tout alliage du même genre, l'Inconel 625 est susceptible de contenir des carbures. À l'issue de l'élaboration par fonderie, ces carbures sont de type MC ou M₆C riches en nickel, niobium, molybdène et carbone.

	Cr	Mo	Fe	Nb	Co	C	Al	Ti	Cu	Ta	Si	Mn	Ni
Inconel 625 - nominal -	20- 23	8-10	3-5	3,15- 4,15	max. 1	max. 0,1	max. 0,4	max. 0,4	max. 0,5	max. 0,05	max. 0,1	max. 0,5	min. 58
Inconel 625 - poudre -	21,15	8,91	4,04	3,54	0,05	0,04	0,06	0,08	0,04	0,02	0,05	<0,05	min. 58

Tableau 4.1 – Composition nominale de l'Inconel 625 en pourcentage massique et composition de la poudre utilisée pour la fusion sélective.

En outre la combinaison des éléments constitutifs rend cet alliage particulièrement peu sensible aux environnements corrosifs particulièrement sévères tels que l'eau de mer, les milieux basiques ou chlorés ainsi qu'aux acides nitrique et chlorhydrique. La sensibilité de l'alliage à l'oxydation et à la carburation à haute température est aussi très faible.

L'utilisation de traitements de précipitation pour renforcer l'alliage est dispensable même si elle est possible.

L'excellente résistance à la corrosion (piqûre ou fissure) de cet alliage en fait donc un matériau de choix pour toute application marine. Il s'agit notamment : de câble d'amarrage pour systèmes fixes flottants (p. ex. plateforme pétrolière, balise) ou pour unités mobiles (p. ex.

bateaux), d'hélice, d'attaches rapides, de conduit d'évacuation, de gaine pour câble de communication sous-marins, du système de propulsion auxiliaire des sous-marins, des commandes pour transducteur sous-marin, de soufflet de conduit de vapeur, de soufflet pour les commandes immergées, de ressorts, de joints, de connecteur de câbles électriques, de composant pour instrument océanographique, etc.

Du fait de sa soudabilité et brasabilité excellentes, ainsi que de sa bonne résistance à la rupture, au fluage, à la fatigue et à la fatigue thermique, cet alliage est un choix intéressant pour le secteur aérospatial : système de conduite d'air d'aéronef, système d'échappement de moteur, système d'inversion de poussée, tubage pour canalisation hydraulique et du carburant, etc.

L'industrie chimique utilise la résistance à la corrosion dans une large gamme de température et de pression de l'Inconel 625 pour élaborer toute une variété de composants pour les installations du fait de sa facile utilisation. Il permet notamment de diminuer l'épaisseur des parois des échangeurs thermiques pour améliorer le transfert thermique et réduire la quantité de matière utilisée. Certaines applications nécessitent à la fois la résistance mécanique et la résistance à la corrosion et en particulier les chambres de réactions. [SPE06]

Dans le domaine nucléaire, l'Inconel 625 pourrait être utilisé comme composant pour le cœur du réacteur et pour les barres de contrôles dans les réacteurs à eau. Son intérêt réside dans sa résistance uniforme à la corrosion, sa résistance à la cavitation et aux piqûres dans l'eau entre 260°C et 320°C, c'est-à-dire pour une température de service normale. Ses bonnes propriétés mécaniques sont aussi appréciables pour la conception de réacteurs avancés. Enfin, il pourrait être utilisé comme protection thermique en feuille ou treillis pour les réacteurs à caloporteur gaz (Gen IV). [YV008]

4.1.2. Description générale de la microstructure

Vitek et coll. ont calculé la proportion de phase présente à l'équilibre dans l'Inconel 625 en fonction de la température à l'aide de la suite logicielle JMatPro et de la base de données Ni-DATA [VIT04]. N. Dupin³⁰ a calculé la fraction volumique de phase présente dans cet alliage avec Thermo-Calc et la base de données TCNI7 pour les superalliages à base nickel. Son calcul considère un refroidissement rapide et, à ce titre, ne tient compte que des phases liquide, γ , γ' et MC qui seraient les seules susceptibles de se former. Les deux diagrammes sont représentés entre 500°C-600 °C et 1400 °C sur la Figure 4.1 et les compositions des alliages simulés sont données dans le Tableau 4.2.

	Cr	Mo	Fe	Nb	Co	C	Ti	Al	Cu	Ta	Si	Mn	Ni
Vitek et coll.	22	9	5	3,6	1	0,1	0,4	0,4	-	-	-	-	Reste
N. Dupin	21,5	9	4	3,7	1	0,1	0,4	0,4	-	0,05	-	0,5	Reste

Tableau 4.2 – Composition de l'Inconel 625 utilisée pour les calculs de diagramme de phase par Vitek et coll. [VIT04] et N. Dupin. La composition est exprimée en pourcentage massique.

Le diagramme calculé par Vitek et coll. indique un liquidus proche de 1342 °C pour un solidus autour de 1250 °C et un solvus de la phase MC à 1267 °C. Le diagramme calculé par Dupin donne aussi un liquidus à 1342 °C pour un solidus de 1283 °C et un solvus de la phase MC à 1298 °C. Les écarts observés, d'environ 30 °C, sur les températures de solidus et de solvus de la phase MC sont attribués à la différence de composition des deux alliages notamment du fer qui tendrait à réduire l'intervalle de solidification [FLO94].

Le diagramme de Vitek et coll. indique, au refroidissement, l'apparition de la phase δ vers 930 °C et de la phase γ' vers 800 °C pour un calcul à l'équilibre. Il sera vu par la suite que la

³⁰ Communication privée.

précipitation de la phase δ à la solidification nécessite un refroidissement particulièrement lent, inférieur à 10 K/s. La plupart du temps, l'alliage en est dépourvu et seul un traitement thermique permet son apparition. Il sera aussi vu par la suite que le procédé de fusion sélective induit plutôt une vitesse de refroidissement supérieure à 10^5 K/s ; il ne permet donc pas l'apparition de cette phase δ . Cependant la cinétique de précipitation de la phase γ' peut être suffisamment rapide pour que cette phase apparaisse. En outre, la sursaturation de la matrice, du fait de la non précipitation de la phase δ , déséquilibre l'alliage et induit une précipitation de la phase γ' à une température supérieure à celle où elle devrait normalement se former. C'est ce qui explique que le solvus de γ' calculé par Dupin à 911°C soit supérieur à celui observé par Vitek et coll. Le refroidissement rapide favoriserait l'apparition de la phase γ' dans l'alliage.

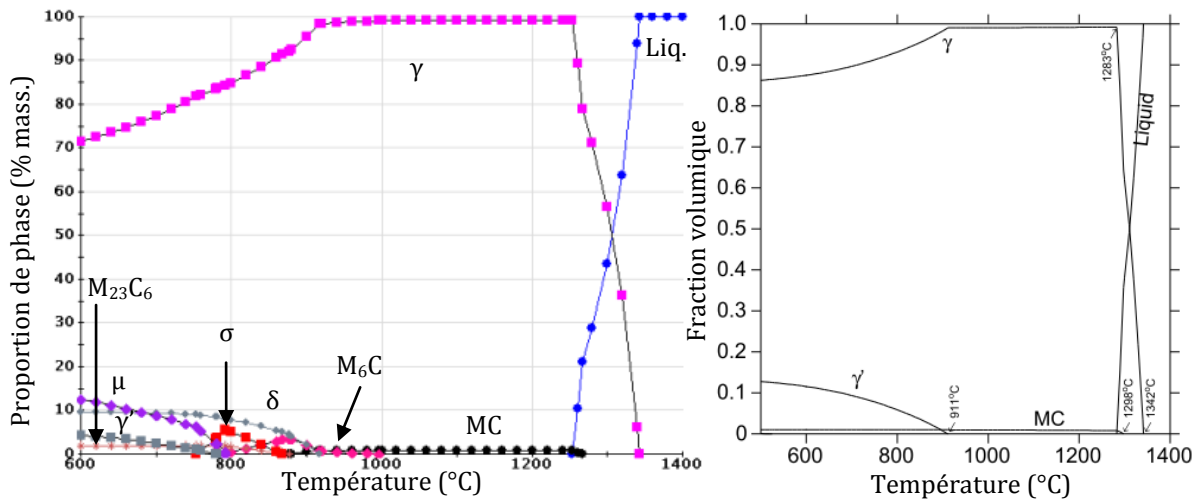


Figure 4.1 – Diagrammes donnant la proportion de phase dans l'Inconel 625 (a) calculée à l'équilibre par JMatPro [VIT04] et (b) calculé en supposant que seule la phase γ' peut se former du fait d'un refroidissement rapide, par Thermo-Calc. Le Tableau 4.2 donne la composition des alliages utilisés pour les calculs.

4.1.2.1. Formation des phases à la solidification

La plupart des phases calculées n'apparaissent pas directement dans la microstructure de l'alliage brut de fonderie, de l'alliage forgé ou dans des soudures. La cinétique de précipitation de ces phases, en partie gouvernée par la diffusion, ne permet pas leur formation dans ces conditions. Par contre, des phases topologiquement compactes dites « TCP » (*topologically closed-packed phase*) ou des phases de Laves peuvent apparaître. Floreen et coll. [FLO94] développent la solidification de l'Inconel 625 et mettent en relation la composition de l'alliage et l'occurrence des phases.

L'inconel 625 peut être considéré, dans une certaine mesure, comme une modification de l'Inconel 718. Dans ces deux alliages, la réaction de solidification dominante est l'enrichissement du liquide inter-dendritique en niobium qui aboutit à formation de phase de Laves riche en niobium ou de carbures de niobium, ou des deux en fin de solidification. [...]

C'est le rapport C/Nb qui impose le chemin de solidification de l'alliage et la microstructure qui en résulte. Il existe trois différents chemins de solidification. Le premier, pour un rapport C/Nb élevé, aboutit à la formation d'un eutectique composée de la matrice γ et de carbure de niobium NbC ; le deuxième, pour un rapport C/Nb intermédiaire mène à la même formation de l'eutectique γ /NbC et est suivi de la formation de phase de Laves en fin de solidification. Enfin, le chemin 3 qui est suivi pour un faible rapport C/Nb aboutit uniquement à la formation de l'eutectique γ /Laves. Il n'y a pas formation de carbures NbC. [...] Dans les procédés d'élaboration classiques, la solidification s'établit le plus souvent suivant le chemin 1 ou 2. La limite de basculement entre ces deux chemins n'est pas clairement définie en fonction du rapport C/Nb. Le dernier chemin de solidification est rare, mais il a été observé pour des alliages contenant moins de 0,01 % de carbone. [FLO94]

Un taux de fer ou de chrome élevé induit une augmentation de la quantité de phase de Laves formée au cours de la solidification. Le niobium, le molybdène ainsi que le silicium, le bore et le titane promeuvent la formation de phase de Laves. Au contraire, l'addition de magnésium permet de réduire leur formation. Les phases de Laves sont des composés hexagonaux compacts du type A_2B existant dans une quantité d'alliages binaires. Dans des alliages plus complexes, les particules peuvent contenir une quantité significative d'élément d'alliage ou d'impureté et s'éloignent ainsi de la simple chimie A_2B . Dans cette notation, les éléments Cr, Fe et Ni sont supposés occuper les positions A dans le cristal tandis que la position B est occupée par Si, P, Nb et Mo. Ces phases de Laves peuvent être éliminées par un traitement de remise en solution à haute température. [FL094]

Pendant la solidification, les carbures se forment tardivement aux joints de grains. Il s'agit principalement de carbures (Nb, Mo)C. À ce titre, la quantité de nickel et de chrome dans ces carbures est faible. Leur morphologie peut être de deux types. Les carbures qui se forment pendant la solidification sont sous forme de bloc. Une forme dendritique, qui prend l'apparence d'« écriture chinoise » est observée dans les soudures et est aussi vue comme de fins films aux joints de grains après traitement thermique d'alliages forgés. Les carbures de niobium sont beaucoup plus stables que les phases de Laves et une fois formés, il est impossible de les éliminer par des traitements thermiques conventionnels.

4.1.2.2. Évolution de la microstructure avec les traitements thermiques

Différents diagrammes temps-température-transformations (TTT) ont été présentés pour l'Inconel 625. Ils diffèrent quelque peu les uns des autres, ainsi que celui reproduit dans la Figure 4.2. Plusieurs raisons peuvent expliquer les différences entre les diagrammes bien qu'il s'agisse *a priori* toujours du même alliage. Deux raisons seront évoquées. La première raison est simplement la variation de composition parmi les tolérances de la composition nominale données dans le Tableau 4.1. En effet, la composition peut significativement modifier l'équilibre des phases, et deux alliages respectant les tolérances de la composition nominale peuvent donner des résultats différents et donc des diagrammes TTT différents. L'expérimentation, et en particulier la méthode d'identification des phases est une deuxième source de variabilité. Par exemple, les phases de Laves qui se forment aux joints de grains sont difficiles à distinguer des carbures de joints de grains par une observation optique.

Outre les carbures de niobium, deux autres types de carbures peuvent précipiter aux joints de grains d'alliages forgés suivant la température de traitement. À haute température, entre 870 °C et 1040 °C, des carbures NbC apparaissent sous forme de films fins aux joints de grains, ainsi que des carbures M_6C , où M est principalement Ni, Cr et Mo. Entre 700 °C et 870 °C, les carbures qui se forment aux joints de grains sont principalement des carbures de type $M_{23}C_6$ où M est essentiellement du chrome. Pour une température de traitement intermédiaire, les trois types de carbures se retrouvent dans la microstructure. Les carbures M_6C et $M_{23}C_6$ sont généralement en forme de bloc avec un aspect irrégulier et forment une série de particules isolées, et discrètes, aux joints de grains.

La précipitation des carbures est sensible au contenu en silicium et en carbone. Au-delà de 0,035 % en masse de carbone, le silicium n'a pas d'effet. Pour des taux de carbone inférieurs, la cinétique de précipitation des carbures est significativement réduite lorsque la proportion de silicium est inférieure à 0,15 %. Ceci illustre parfaitement comment une modification mineure de la composition peut affecter de manière importante les transformations de phase.

Les positions du nez des courbes de transformation dans le diagramme TTT ne sont pas bien définies, mais sont de l'ordre de dix minutes. En pratique, après un traitement de remise en solution suivi d'un refroidissement à l'air, même de larges pièces d'alliage forgé ne montrent pas de carbure de joints de grains autres que les NbC. Ainsi, la précipitation aux joints de grains pendant le travail de l'alliage peut être évitée. [FL094]

Lorsque le traitement thermique se prolonge, entre 700 °C et 980 °C, les phases de Laves et la phase δ (Ni_3Nb) commencent à précipiter. Cette précipitation se développe dans les régions des joints de grains qui contiennent déjà des carbures. La phase δ s'identifie facilement de fait de sa morphologie aciculaire. Les phases de Laves présentent plutôt le même aspect en bloc que les carbures M_6C et M_{23}C_6 . Le diagramme TTT de la Figure 4.2 assimile les deux courbes de transformation des phases de Laves et de la phase δ . Cette assimilation n'est peut-être pas toujours valable, mais la cinétique de précipitation qui dépend de la diffusion du niobium est similaire pour les deux phases. [FLO94]

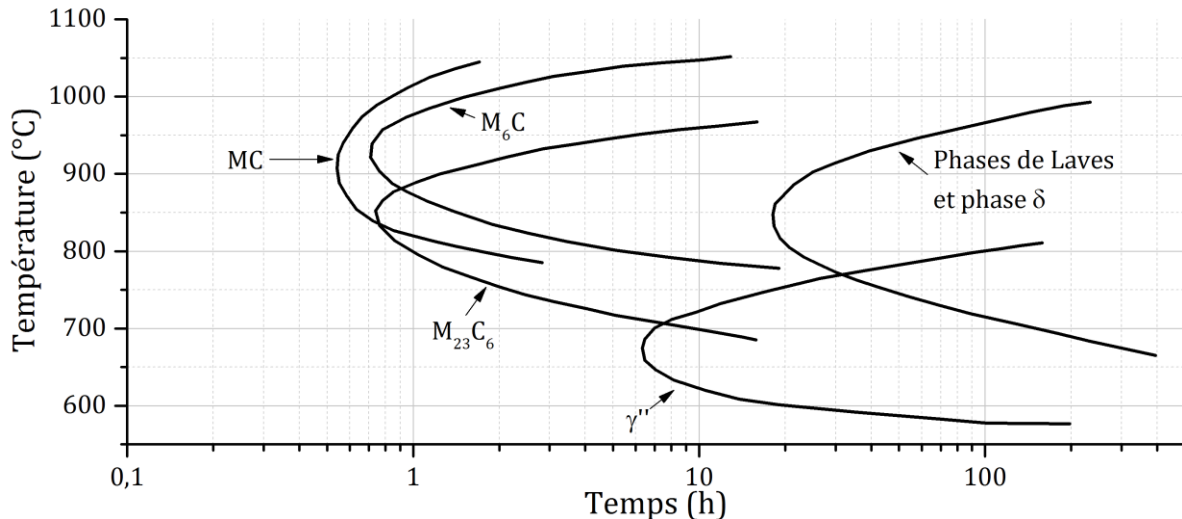


Figure 4.2 – Diagramme temps-température-transformation des phases se formant dans l'Inconel 625 à haute température. Ces diagrammes concernent les transformations par précipitation, mais pas par dissolution. Reproduit d'après [FLO94].

La phase δ , les phases de Laves ainsi que les carbures M_6C et M_{23}C_6 , peuvent être remis en solution par un traitement thermique à 1090 °C ou plus. À cette température, les carbures disparaissent après environ une heure de traitement, tandis que les phases de Laves et la phase δ mettent plutôt une journée à disparaître.

Entre 590 °C et 760 °C la réaction dominante est la réaction de précipitation de la phase γ'' . L'inconel 625 n'est pas un alliage qui a été conçu pour développer un durcissement par précipitation [EIS91][SHA01], mais si la quantité ($\text{Nb} + \text{Ti} + \text{Al}$) est suffisante, une importante précipitation de phase γ'' peut avoir lieu. La phase γ'' a une structure tétragonale centrée appartenant au groupe d'espace $I4/mmm$ (*Strukturbericht* D0₂₂) et qui peut être décrite chimiquement comme une phase $\text{Ni}_3(\text{Nb} > 0,05, \text{Ti} < 0,5, \text{Al} < 0,5)$. Il s'agit d'une forme métastable de la phase orthorhombique δ (Ni_3Nb , *Strukturbericht* D0_a) [CHA94]. Typiquement, la phase γ'' précipite uniformément dans l'alliage et les particules ont une forme de disque. Avec un accroissement de la température et du temps de traitement, les particules s'allongent et passent d'environ 10 nm à 100 nm. La cinétique de précipitation de cette phase est très dépendante de la composition en titane et relativement indépendante de la composition en aluminium. Après un traitement de durcissement par précipitation jusqu'à 50 heures à 650 °C, un alliage à 0,05 % en masse de titane possède une dureté bien inférieure à celle d'un alliage à 0,25 %. L'augmentation du taux de titane accroît la cinétique de précipitation de la phase γ'' .

Les observations de Shankar et coll. [SHA01] concernant la microstructure de l'Inconel 625 après service à 600 °C pendant 60 000 heures et son évolution après vieillissement à 650 °C ou 850 °C jusqu'à 500 heures, précédé ou non d'un traitement de remise en solution à 1150°C, sont en bon accord avec les descriptions de Floreen et coll. [FLO94] et le diagramme TTT reproduit.

Outre les carbures primaires NbC, les secondaires formés sous forme de films aux joints de grains et les précipités γ'' , Shankar et coll. [SHA01] annoncent l'existence de la phase

$\text{Ni}_2(\text{Cr},\text{Mo})$ dans l'alliage après service, ainsi que sa dissolution après les traitements thermiques. Après dix heures de traitement à 650 °C cette phase disparaît de la microstructure. Les aiguilles δ intra-granulaires apparaissent après 500 heures. Les précipités γ'' et $\text{Ni}_2(\text{Cr},\text{Mo})$ ont été complètement dissous après une heure de traitement à 850 °C. Des carbures continus aux joints de grains sont toujours notés. La précipitation de la phase δ survient après une heure de traitement et la fraction volumique formée augmente avec le temps de maintien. Il est à noter qu'aucun temps de traitement entre une heure et dix heures n'est étudié. Le traitement de remise en solution à 1050 °C pendant 30 minutes supprime toute précipitation hormis les gros carbures primaires NbC. À la suite de la remise en solution, un vieillissement à 650 °C après plus d'une heure, c'est-à-dire au minimum après dix heures, aboutit à la précipitation de la phase γ'' dans la matrice et de carbures aux joints de grains. Pour le vieillissement à 850 °C, la phase δ apparaît après une heure de traitement et grossit avec le temps de maintien. Cette phase apparaît plus tôt que ne le suggère le diagramme TTT, mais une précipitation aussi rapide a déjà été observée, pour un traitement identique, dans des soudures d'Inconel 625 [FLO94]. Un effet de composition peut décaler le nez de la courbe.

4.1.2.3. Microstructure et propriétés mécaniques

La formation des phases de Laves et des carbures est un élément prépondérant dans la solidification rapide de l'Inconel 625. Ces phases n'apportent malheureusement aucun bénéfice à l'alliage. Si elles sont présentes en grandes proportions ou que leur concentration est localement importante, elles ont, au contraire, un effet délétère. Les phases de Laves réduisent la ductilité de l'alliage, et ce de manière plus importante que ne le font les carbures, lesquels peuvent aussi être liés à la liquation constitutionnelle³¹ et former des fissures à la solidification [CIE91]. L'apparition de ces phases doit donc être évitée.

Les carbures de joints de grains induisent aussi une perte de ductilité de l'alliage et il semblerait que les particules de carbures M_6C et M_{23}C_6 réduisent l'énergie que peut absorber l'Inconel 625 lors d'un impact. Cependant, ces phases précipitées aux joints de grains peuvent être bénéfiques pour la corrosion sous contrainte dans certains environnements, exceptés les carbures de chrome qui appauvrissent les joints de grains en chrome, et la phase γ'' est nécessaire si une haute tenue mécanique est désirée. [FLO94]

L'étude de l'influence des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques effectuée par Shankar et coll. [SHA01] montre que la précipitation des phases δ , γ'' et $\text{Ni}_2(\text{Cr},\text{Mo})$ est bénéfique pour l'accroissement de la limite d'élasticité. La phase γ'' reste la phase qui permet d'augmenter le plus cette limite car sa présence permet de passer de 400 MPa à plus de 800 MPa, tandis que la phase $\text{Ni}_2(\text{Cr},\text{Mo})$ permet une augmentation d'environ 200 MPa et, après 500 heures de traitement, le gain produit par la phase δ plafonne à 100 MPa. Le durcissement par la phase $\text{Ni}_2(\text{Cr},\text{Mo})$ déjà été observé pour des alliages de type Hastelloy et est attribuée à la réaction de précipitation qui transforme le réseau cubique à face centrée désordonné en un réseau orthorhombique de type Pt_2Mo ordonné. La déformation de l'état ordonné se fait plutôt par maclage que par glissement, ce qui demande généralement une contrainte supérieure.

Si la phase δ permet un modeste gain de limite d'élasticité, sa présence réduit nettement la contrainte maximale admissible par l'alliage et ce d'autant plus que le temps donné à sa formation et sa croissance est important. Lorsque l'alliage ne présente pas cette phase, la contrainte maximale est établie entre 1100 MPa (alliage après service) et 1200 MPa (après traitement de remise en solution. Lorsque la phase δ a eu le temps de se développer, par exemple sur l'alliage remis en solution puis traité 500 heures à 850 °C, la contrainte maximale tombe à 925 MPa.

Enfin, la précipitation des phases δ et γ'' induit une perte de ductilité importante après un vieillissement long puisque l'allongement à rupture passe de 60 % à environ 25 % après 500 heures de traitement. La phase $\text{Ni}_2(\text{Cr},\text{Mo})$ ne semble pas induire une perte de ductilité sensible. Ainsi, de manière générale, la formation de la phase δ est aussi à éviter.

³¹ Voir chapitre suivant pour plus de détails.

Floreen et coll. [FLO94] tendent à montrer que la composition de l'alliage peut être modifiée pour ajuster la microstructure en fonction de l'utilisation et des propriétés mécaniques attendues. En effet, la composition peut modifier, parfois sensiblement, les transformations de phase. Shankar et coll. montrent l'influence des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques par l'intermédiaire de l'apparition des phases. Ces deux raisons peuvent expliquer largement les différences de propriétés mécaniques qui apparaissent entre les différentes coulées de l'inconel 625 du fait de la large définition de la nuance.

4.1.2.4. Inconel 625 après fabrication additive

Ganesh et coll. [GAN10] utilisent le procédé *DMD* décrit au chapitre 1 pour fabriquer des pièces en Inconel 625. Ils observent une microstructure dendritique fine composée de dendrites primaires espacées d'environ 10 μm et orientées parallèlement aux autres au sein d'un même grain. L'étude de diffraction des rayons X qu'ils présentent indique que l'alliage est uniquement formé de la matrice γ ; aucune autre phase n'est observée. Toutefois, les pics de diffraction des phases γ et γ' sont très proches les uns des autres, voire confondus, et il est facile de passer à côté s'ils ne sont pas recherchés. En outre, si les précipités γ' sont très fins, il est aussi difficile de les voir au microscope électronique à balayage (cf. chapitre suivant).

Xu et coll. [XU13] étudient la microstructure d'Inconel 625 produit par dépôt plasma (*pulsed plasma arc deposition*) qui est un procédé ressemblant au procédé *DMD* dans la conception mais où le laser est remplacé par un arc plasma et la poudre est remplacé par un fil à fondre. Ils observent un changement de microstructure entre le bas de la construction et le haut. Le bas présente une microstructure de dendrites primaires fines tandis que les dendrites du haut développent des branches secondaires espacées d'environ 20 μm à 25 μm ce qui indique une vitesse de refroidissement lente, inférieure à 10 K/s. La microstructure de l'alliage présente des carbures primaires NbC ainsi que des phases de Laves et des précipités δ . Les phases de Laves consomment une grande quantité de niobium, limitant ainsi la précipitation de la phase durcissante γ'' . Le fait que cette dernière n'ait pas été détectée dans l'alliage au contraire de la phase δ est en contradiction avec les observations des travaux portant sur le soudage ou la fabrication additive de ce matériau. Toutefois, le matériau traité par ce procédé particulier subit un refroidissement plus lent que pour le soudage ou la fabrication par *SLM* par exemple. Ce refroidissement autorise la ségrégation du niobium, et les recuits successifs imposent la dissolution des phases de Laves, ce qui libère le niobium de telle sorte que la formation de la phase δ est favorisée. L'effet de la vitesse de solidification sur la stabilité de la phase δ est confirmé par le fait que le bas de la construction qui présente une vitesse de solidification plus rapide, et donc une microstructure plus fine, ne présente pas cette précipitation δ . Lors de la solidification, le temps disponible pour enrichir le liquide inter-dendritique en niobium était trop court. Ceci explique aussi le fait que les phases de Laves sont plus petites en bas de la construction qu'en haut.

Enfin, Cooper et coll. [COO13] étudient l'effet de l'ajout de particules céramiques (SiC , Al_2O_3 et TiC) à l'Inconel 625 dans des constructions par *SLM*. Le dépôt de la poudre est réalisé par un couteau et l'épaisseur des couches est fixée à 100 μm , ce qui signifie que l'épaisseur du lit de poudre est comprise entre 150 μm et 200 μm . La poudre est fondue à l'aide d'un laser à fibre dopée à l'ytterbium en utilisant une puissance maximale de 1000 W. Le diamètre du faisceau est estimé à 850 μm et l'écart-vecteur est fixé à 500 μm . L'énergie surfacique utilisée est comprise entre 14 MJ/m² et 20 MJ/m². Les auteurs décrivent les microstructures obtenues à l'issue de la fusion en faisant état d'une dissolution et d'une re-précipitation plus ou moins importantes des particules céramiques dans la matrice. Cette dernière est plutôt composée de dendrites primaires fines. Ils ne mentionnent pas l'apparition de carbures de niobium ou de phase de Laves.

Ces résultats permettent de prévoir que la microstructure des échantillons produits par *SLM* sera essentiellement dendritique avec des dendrites primaires fines.

4.2. INTÉRÊT DU MATÉRIAU ET OBJECTIF DANS LE PROJET MERLIN

4.2.1. Présentation du blindage

Toutes les conceptions de moteurs aéronautiques sont tributaires de disques sur lesquels sont attachées des aubes ou des pales. Pour les moteurs d'hélicoptères, qui représentent le cas d'intérêt ici, *Turbomeca* installe deux systèmes de protection au moteur en cas de survitesse. Le premier est une détection électronique par l'intermédiaire d'un capteur qui rétroagit sur l'alimentation en carburant. Le second système consiste en une protection mécanique au niveau des étages de puissance. Dans le cas où le premier système est défaillant, la survitesse se maintient. Du fait d'une conception adaptée, les aubes dites *frangibles* se détachent alors du disque. Cette rupture au-delà du pied d'une aube est programmée par le dimensionnement des aubes et permet d'éviter la rupture du disque. [HER10] Les aubes ou débris d'aubes ainsi éjectés doivent être retenus et confinés : c'est le rôle du blindage. Une fois que les aubes sont détachées du disque, le couple d'entraînement qu'exerçait le flux d'air chaud sur l'axe de rotation par l'intermédiaire de la turbine n'existe plus ; il n'y a plus d'aube pour transmettre l'effort. Le système continue de tourner quelques temps du fait de son inertie puis vient à s'arrêter. Le pilote possède quelques dizaines de secondes pour se poser. L'intérêt de l'Inconel 625 en tant que matériau de blindage réside dans sa haute tenue mécanique à 500 °C qui évolue peu avec l'usage et dans sa ductilité très importante qui permet une rétention des aubes optimales en ne se cassant pas.

De manière générale, le blindage (*blade containment case*, *blade containment shroud*, *blade containment assembly*) est une pièce axisymétrique de forme annulaire dont le vide interne est rempli par une turbine de puissance, c'est-à-dire par un assemblage aubes + disque. Les aubes sont éjectées du disque par les efforts centrifuges appliqués. De ce fait, la trajectoire des aubes est *tangentielle* et la direction d'impact est aussi tangentielle, en première approximation, du fait de la forte proximité entre le bout des aubes et le blindage. La trajectoire des débris est principalement contenue dans un plan perpendiculaire à l'axe de rotation, mais il existe tout de même un certain « angle d'arrosage » par rapport à ce plan. La Figure 4.3 permet d'expliquer cette dernière phrase. Le blindage est en fait composé de deux parties : la partie centrale sollicitée en allongement, et la partie périphérique sollicitée en perforation. Le rôle de la partie centrale est de retenir directement les aubes. La capacité de rétention de la pièce est directement proportionnelle à sa masse. Pour la partie périphérique, l'objectif est de retenir les petits débris isolés. La capacité de rétention est cette fois-ci proportionnelle au carré de l'épaisseur. De plus, il est à signaler que l'efficacité d'un blindage est fortement liée à sa proximité avec les aubes.

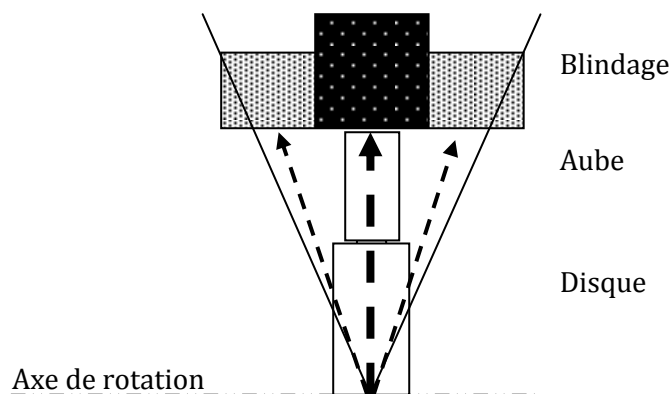


Figure 4.3 – Représentation de la partie supérieure d'un blindage en coupe, illustrant les deux parties et l'angle d'arrosage.

Du fait de la relation entre la capacité de rétention de la zone en allongement et de sa masse, l'inconvénient majeur du blindage est justement sa masse car elle induit une consommation de carburant (inutilement) plus importante. L'objectif est ici d'utiliser le procédé de fusion sélective par laser pour fabriquer les blindages avec une géométrie innovante comportant des zones évidées, voire architecturée, et qui permette de réduire la masse de la pièce tout en conservant une capacité de rétention en allongement intéressante. À cet effet, il est d'abord nécessaire de déterminer une géométrie adéquate.

Une brève étude bibliographique sur la composition et la structure des blindages actuels est présentée au paragraphe suivant. L'objectif est d'avoir une idée sur des géométries ou des assemblages potentiellement intéressants que le procédé *SLM* pourrait fabriquer.

4.2.2. Étude bibliographique sur la composition et la structure d'un blindage

Suivant les composants que le blindage doit contenir celui-ci n'est pas structuré de la même façon. Pour les moteurs d'avions, la perte d'une pale de soufflante ou d'une aube de compresseur basse pression peut-être initiée par une fatigue du matériau ou par l'impact dû à l'ingestion d'un corps étranger tel qu'un oiseau ou un grêlon. La pale ainsi détachée n'est plus soumise à la force centripète exercée par le disque de maintien ; elle s'échappe de manière tangentielle pour aller percuter le blindage.

Sur les moteurs d'hélicoptère la partie blindage est plutôt destinée à confiner les pales de la turbine de puissance lors d'une survitesse comme il l'a été vu. Le blindage doit être conçu en conséquence.

Cette pièce est généralement fabriquée en acier ou en alliage à base nickel. L'épaisseur nécessaire à la rétention des aubes dépend de leur taille et de leur énergie, donc de la taille et du type de moteur sur lequel elles sont montées.

Pour les moteurs de petits diamètres, typiquement les moteurs d'hélicoptères, un anneau métallique plein est généralement suffisant pour dévier, arrêter et contenir les fragments qui se détachent de la turbine. La masse du blindage n'est pas négligeable dans la masse totale du moteur. Pour les moteurs plus imposants, l'épaisseur de métal nécessaire à une rétention efficace est telle que la masse totale du blindage diminuerait très fortement l'efficacité du moteur et augmenterait sa consommation de carburant.

Depuis plus de 25 ans, les chercheurs et industriels cherchent à réduire la masse de cette pièce tout en lui conservant une bonne capacité de rétention. L'immense majorité des publications traite du problème avionique et de la rétention des pales de soufflantes. La littérature abonde de brevets en la matière tandis qu'un certain nombre d'articles s'essayaient au développement et à la caractérisation de nouvelles structures, souvent architecturées, pour résister aux impacts ou à un souffle de déflagration.

Les idées, présentées comme nouvelles, de la plupart des brevets peuvent apparaître comme un recyclage des idées précédentes. La plupart du temps, il s'agit, dans les grandes lignes, d'ajouter autour d'une armature annulaire métallique, un certain nombre d'enroulements de matériaux différents, avec des structures différentes dans un ordre particulier. Il s'agit donc de combinaisons différentes d'éléments semblables.

Dès 1964, il a été question d'introduire à l'intérieur du blindage une structure en nid d'abeille, métallique, afin de retenir les fragments d'aubes et/ou réduire le bruit [BOW61][TOM83][CUR93][PEN94][SAT00][WOJ02][McM05][LAU06]. Les matériaux les plus intéressants sont évidemment les matériaux légers tels que l'aluminium ou les polymères.

Depuis 1976, il a été émis l'idée d'enrouler la structure métallique dans un tissu fibreux. Le matériau le plus mentionné est la fibre polyamide aromatique développée par DuPont de Nemours : le Kevlar. Les enroulements peuvent être multiples, imprégnés ou non et plus ou moins liés entre eux. Toutefois, des fragments tranchants peuvent endommager de telles structures, et une certaine épaisseur reste nécessaire pour fournir une bonne rétention. [VAR76][TOM83][CUR93][PEN94][ARM94][COS98][SAT00][WOJ02][LAU06].

Une structure composite tridimensionnelle à base de bande adhésive de fibre de carbone a aussi été suggérée. [VAR76]

En 1979, un brevet a été déposé pour l'utilisation de pièces céramiques dans la conception des blindages (alumine, carbure de silicium, carbure de bore, (di)borure de titane, nitrure d'aluminium, composite SiC dans Al_2O_3 ...). L'intérêt de la céramique réside dans sa dureté et dans l'énergie qu'elle peut dissiper par abrasion des aubes tandis que le métal adjacent transforme l'énergie cinétique en se déformant. En outre, si la céramique est placée sous la forme de tuiles adjacentes, elles permettent de mieux distribuer l'impact et donc de réduire la probabilité de traverser le blindage. [STE79][CUR93][FOR93]

D'autres éléments peuvent faire partie du blindage :

- de la gomme abradable en contact direct avec les aubes pour diminuer le jeu et donc limiter le passage de l'air entre le bout des aubes et le blindage. Ce composant ne joue généralement aucun rôle dans la rétention ; [TOM83][PEN94][WOJ02][EVA02]
- d'autres enroulements métalliques pleins, plutôt en aluminium pour ne pas augmenter drastiquement la masse ; [SAT00]
- des enroulements de polymères à fortes déformation à rupture tels que les polyuréthanes (jusqu'à 400 % d'allongement) combinés avec les enroulements tissés, ou en remplacement de ceux-ci ; [EVA02]

Ces enroulements structurels peuvent se retrouver plusieurs fois, adjacents ou non. Au moins un brevet [WOJ02] fait état de l'utilisation de mousses métalliques, mais une structure sandwich avec un motif périodique, comme un nid d'abeille ou un treillis est structurellement plus efficace qu'une mousse de même densité relative [YUN08].

Il est parfois fait état d'un enroulement léger *sacrificiel* sur la face interne (couche en nid d'abeille, gomme abradable) suffisamment profond pour contenir l'oblitération provoquée par la course maximale que peut prendre la soufflante pendant une rotation excentrique due à son déséquilibre massique. Seul cet enroulement léger est détruit, laissant la structure supérieure intacte pour continuer à absorber les impacts de la pale. [TOM83]

En dehors de ces différents enroulements, deux brevets font état d'une structure dans le blindage.

Dans un cas, le blindage est formé à partir de deux anneaux, de même axe mais de rayons différents. La face externe de l'anneau intérieur et la face interne de l'anneau extérieur sont conçues de manières à être complémentaires. C'est-à-dire que l'une des faces présente des nervures tandis que l'autre face présente des sillons en vis-à-vis. Cette structure est orientée de manière radiale et un certain jour existe entre les deux pièces. Ainsi, lors d'un impact tangent, une partie de l'énergie est dissipée par le frottement de l'anneau interne sur l'anneau externe. Une feuille de matériau ductile peut aussi être insérée entre ces deux anneaux pour permettre d'absorber une partie de l'énergie en se déformant. [MOD98]

Le second cas introduit une, ou plusieurs, épaisseurs de tubes orientés selon l'axe de révolution du blindage entre deux anneaux pleins. Le blindage possède donc trois couches : une couche composée d'un anneau métallique plein, pouvant avoir une surface un peu creusée pour raidir l'élément, une couche comprenant les tubes, qui peuvent être recouverts d'un tissu composite, et un second anneau métallique. [ARM94]

Il reste à remarquer que les structures observées jusqu'à présent possèdent toute une certaine symétrie radiale alors qu'il s'agit de limiter les effets d'un impact *a priori* tangentiel...

Les simulations et essais expérimentaux d'impact d'aubes rectangulaires sur un blindage réalisés par Carney et coll. [CAR09] et Xuan et Wu [XUA06] permettent de bien mettre en évidence l'impact tangentiel par le repliement des aubes sur elles-mêmes après déformation plastique importante. En outre, les résultats de Xuan et Wu montrent que cette déformation se fait en deux étapes. Une fois l'aube libérée, celle-ci rencontre le blindage, et se déforme une première fois à son extrémité tout en déformant le blindage. Puis elle glisse et se replie sur elle-

même lors du second choc en déformant plus significativement le blindage. Le calcul est effectué pour une seule aube et ne caractérise donc pas tout à fait l'essai complet.

En réalité, une fois qu'une aube est détachée et qu'elle impacte le blindage, les aubes situées derrière finissent par être désolidarisées du disque par un *effet domino* en quelques tours. Le blindage doit donc résister aux impacts multiples. Dès la perte d'une ou deux aubes, le disque en rotation est déséquilibré et les aubes qui lui sont toujours solidaires rencontrent violemment la face interne du blindage et le déforment. De plus, les aubes réelles ne sont pas parallélépipédiques, leur profil aérodynamique courbé a plutôt tendance à limiter le repliement. [HER]

Les structures de blindage où la couche métallique est architecturée sont à chercher ailleurs que dans les brevets. Haydn et Wadley [HAY06] présentent de nombreuses structures *sandwich* avec différentes architectures insérées entre les panneaux, depuis les traditionnelles cellules en nid d'abeille à motifs hexagonaux, carrés ou triangulaires, jusqu'à des structures à treillis tétraédriques ou pyramidaux. Ces « métaux cellulaires » montreraient de bonnes propriétés mécaniques vis-à-vis de sollicitation de type souffle d'air suite à une explosion (*air blast*) mais ne suffisent pas pour des chocs plus localisés de type impact d'aubes ou de billes. [HAY06][DHA11][YUN08]

Yungwirth et coll. [YUN08] ont fabriqué différentes structures cellulaires métalliques en modifiant le contenu de la cellule avant de tester leur résistance à l'impact en projetant une bille de 6,9 g à environ 600 m/s de manière perpendiculaire à la structure. Pour la structure métallique pure, de faible masse surfacique, la bille traverse la structure avec une baisse de vitesse de 25%. Lorsque la structure est remplie d'un élastomère à basse température de transition vitreuse, le projectile traverse aussi la structure, qu'il y ait présence ou non d'un renfort tissé supplémentaire. La vitesse de sortie de la bille est un peu inférieure à celle observée pour le cas précédent et le chemin emprunté par le projectile dans l'élastomère est rebouché. Lorsque la structure est remplie d'un polyuréthane dont la température de transition vitreuse est au-delà de la température de test, le projectile est arrêté et retenu dans la structure. Il en est de même pour une structure métallique contenant des inserts céramiques isolés par des tubes métalliques, lesquels sont englobés dans le polyuréthane précédent, comme le montre la Figure 4.4. Ces résultats indiquent que les concepts de structures hybrides peuvent offrir des propriétés balistiques intéressantes.

Il est à noter que les propriétés mécaniques de telles structures peuvent être dépendantes de la taille de la cellule élémentaire par rapport à celle du projectile. Plus le projectile est petit et plus la structure doit être fine donc de masse surfacique importante. L'article mentionné [YUN08] ne présente pas d'étude particulière sur l'influence de la taille du motif.

Ni et coll. [NI13] apportent quelques éléments intéressants sur ce type de concepts hybrides par l'intermédiaire de simulations et de nouvelles expériences. Ils étudient notamment l'influence de l'épaisseur de la face avant et de la face arrière sur la capacité de rétention. Pour plusieurs structures, de même masse surfacique, pour lesquelles la somme de l'épaisseur de la face avant et de la face arrière reste constante, ils montrent que la structure dont la face arrière est la plus importante permet d'arrêter des projectiles de plus grande vitesse. La structure à face arrière épaisse permet d'absorber 2,5 fois plus d'énergie que la structure à face avant épaisse. En d'autres termes la face arrière joue un rôle plus déterminant dans la résistance à l'impact que la face avant.

Le procédé de fusion sélective par laser pourrait permettre de fabriquer ce type de géométrie hybride en évitant les défauts liés aux points de soudure entre les plaques métalliques et le réseau, en laissant de la place libre pour l'insertion d'éléments céramiques et en remplissant localement la structure de matière métallique en remplacement du polymère peu utile à la température de fonctionnement du blindage de 500°C.

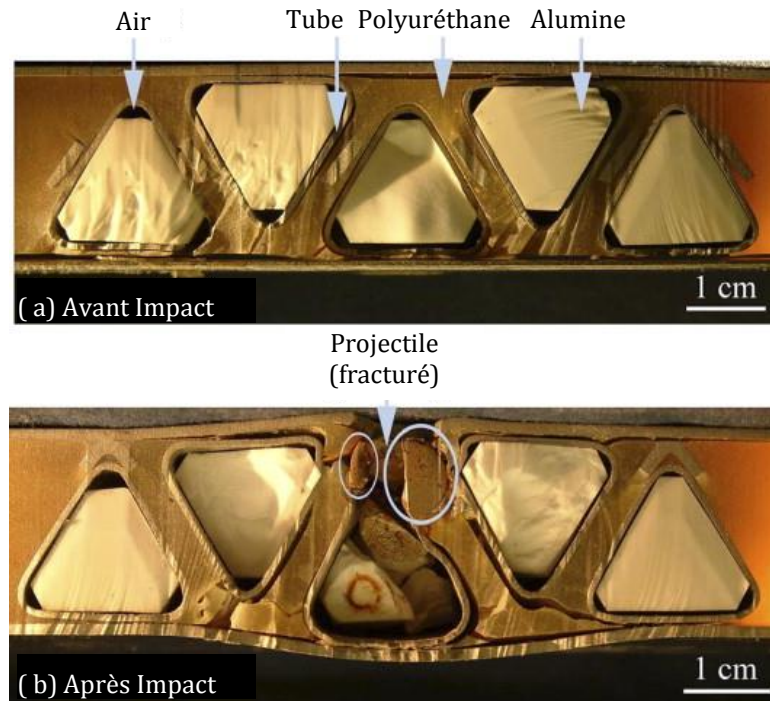


Figure 4.4 – (a) Vue en coupe de la structure pyramidale à un étage possédant des tubes à section triangulaire entourés de polyuréthane et comprenant un insert en alumine, (b) vue en coupe de la structure après essai d'impact à 613 m/s. [YUN08]

Enfin, il est possible d'améliorer la résistance à la friction de la face interne du blindage afin de réduire un peu sa déformation lors de l'impact et de dissiper plus d'énergie au niveau de l'aube. Les réacteurs de plasma froids permettent l'implantation ionique notamment d'atomes d'azote sur une épaisseur de quelques microns ce qui a pour effet d'augmenter la dureté de surface et la rugosité à l'échelle nanométrique. En effet, la dureté de surface moyenne de l'inconel 625 est multipliée par 4. [RIZ79][RIZ80][BOR09]

4.2.3. Méthodologie employée pour l'optimisation topologique

L'objectif initial du travail à effectuer sur le blindage était d'obtenir différentes structures évidées en ne conservant la matière que là où elle est réellement nécessaire dans le but d'alléger la pièce. Il s'agit donc d'effectuer ce qui est couramment appelé une « optimisation topologique ». Ce paragraphe s'attachera principalement à décrire la méthodologie employée.

Lorsqu'il est question d'optimisation, il faut d'abord se demander ce qui doit être amélioré et ce qui peut être sacrifié. Pour ces deux questions, la réponse peut être une propriété mécanique, électrique, chimique, thermique, optique ou bien encore la masse ou la fréquence de résonance. La troisième question concerne le procédé qui devra réaliser la pièce. Il est bien évident que la fonderie, le moulage par injection, l'extrusion (à chaud) ou encore les procédés de fabrication directe n'offrent pas les mêmes possibilités de conception.

L'idée première du travail sur le blindage était d'utiliser un logiciel d'optimisation topologique pour voir dans quelle mesure il serait capable d'évider l'anneau de blindage en fonction de la sollicitation imposée. Le choix du logiciel s'est arrêté sur *OptiStruct* développé par *Altair Engineering*. Ce logiciel est en fait un module intégré dans la suite *Hyperworks* qui comprend son propre module de maillage *Hypermesh*. Il est tout à fait possible d'importer un maillage provenant d'une autre application. *Hypermesh* est aussi le préprocesseur éléments finis utilisé. Le code de calcul par éléments finis utilisé est RADIOSS et l'outil de visualisation des

résultats, intégré à la suite, est *Hyperview*. Les calculs dont le résultat est présenté ultérieurement ont été faits au Centre des matériaux.

Une fois que la géométrie à optimiser est importée, le processus d'optimisation suit les étapes suivantes :

- Étape 1 : implémentation du chargement représentatif des conditions de sollicitation. Il s'agit de l'ensemble des forces qui s'appliquent sur la pièce aux emplacements adéquats. Le chargement inclut les contraintes de type encastrement et les vibrations. Plus la description du chargement est représentative des conditions réelles d'exploitation, plus précis et adéquat sera le résultat de l'optimisation.
- Étape 2 : définition des « réponses » qui sont des mesures du système. Cela inclut, par exemple, la masse de la pièce, son volume, sa fraction massique, le déplacement d'un ou plusieurs points, la contrainte appliquée à un ou plusieurs points ou encore la raideur du système (en fait, c'est l'inverse qui est mesuré).
- Étape 3 : Définition des contraintes d'optimisation. Pendant l'optimisation, la valeur des différentes réponses varie. Par exemple, la masse d'une pièce peut diminuer ou sa raideur augmenter. La variation de ces valeurs doit être encadrée afin d'éviter des résultats inadéquats. Les contraintes d'optimisation ont donc le rôle de contraindre la variation des réponses, c'est-à-dire de contraindre les variables d'ajustement.
- Étape 4 : Définition d'un objectif. L'objectif est la variable qui sera optimisée. Il s'agit de trouver le maximum (ou le minimum) de cette variable en tenant compte de la plage de variation possible pour les variables d'ajustement. L'objectif est toujours unique ; l'optimisation ne porte que sur une propriété. Il n'est donc pas possible d'avoir comme objectif l'augmentation de la rigidité et la diminution de la masse en même temps. Il est toutefois possible de jouer avec les contraintes d'optimisation pour arriver à ce résultat. Si l'objectif est l'augmentation de la rigidité, il suffit d'imposer comme limite maximum de fraction massique 0,8 ou 0,9. La volonté de réduire la masse est donc prise en compte, mais pas en tant qu'objectif.
- Étape 5 : Le calcul d'optimisation est lancé par le logiciel. Le système physique est alors traduit en une fonction mathématique. Il s'agit alors de trouver le minimum d'une certaine propriété ρ , décrite par une fonction $f(\rho)$ dans un volume Ω bien défini dans l'espace. Mathématiquement, cela s'écrit : $\min_{\rho} \int_{\Omega} f(\rho) d\Omega$. Le résultat est obtenu après plusieurs itérations, avec lesquelles le code cherche le minimum de la fonction par dérivation. Il peut être noté que le minimum trouvé peut tout à fait n'être qu'un minimum local et non le minimum absolu. Il est donc possible de trouver une réponse meilleure en changeant le point de départ du calcul. Le logiciel permet d'étudier la sensibilité de la réponse avec le point de départ.
- Étape 6 : Une fois que le calcul converge, une certaine densité en 0 et 1 est appliquée à chaque élément. Cette densité représente l'utilité de la matière pour la sollicitation donnée. Autrement dit, une densité de 0 indique que l'élément ne participe pas à la sollicitation et que son absence ne changerait pas le comportement de la pièce. La plupart du temps la valeur de la densité est comprise entre ces deux bornes. Il est donc alors nécessaire de définir un seuil en dessous duquel tous les éléments sont supprimés, tandis que les autres sont conservés. Cette étape se fait manuellement et permet de voir les zones de la pièce plus ou moins utiles. Généralement, la forme finale obtenue après optimisation et seuillage est suffisamment accidentée pour apparaître comme difficilement crédible pour remplir sa fonction. De plus, elle apparaît difficilement fabricable. De fait, le résultat du calcul indique plus une direction vers laquelle aller qu'un produit fini. Finalement, le bureau d'étude dessine la forme finale en s'inspirant du résultat du calcul.

Afin de prendre en main le logiciel, une première optimisation topologique sur une pièce de Turbomeca a été menée. Cette pièce, qui avait déjà été optimisée, est représentée sur la Figure 4.5 (a) avec son chargement. Les figures (b) et (c) qui représentent la pièce après

optimisation topologique et topographique (relative à la surface de la pièce) donnent une structure creuse aux bords arrondis intéressante dans un objectif de réduction de masse. La figure (d) donne une pièce finale possible, basée sur l'optimisation et plus *crédible* que la géométrie brute d'optimisation, qui représente une réduction de masse de 13 %. Il est à signaler que la pièce finale n'est pas optimisée pour une fabrication par fusion sélective par laser ; elle ne permet pas de profiter des possibilités du procédé.

La même succession d'étapes d'optimisation a été appliquée à une géométrie de blindage annulaire. Seule une portion de l'anneau a été représentée et une condition de calcul axisymétrique a été implémentée. Alors que la pièce réelle est soumise à un impact, le chargement utilisé était un chargement statique, pour un calcul quasi-statique. L'idée était d'observer le genre de réponse que pouvait produire le logiciel.

Une force est appliquée sur la face interne de l'anneau et est répartie de manière sinusoïdale entre le centre et les extrémités. L'intensité est maximum au centre de l'anneau et nulle sur le bord comme l'indique la Figure 4.6. Cette force est appliquée à la fois de manière radiale et tangentielle pour manifester respectivement le gonflement du blindage dû à la pression de l'air chaud et l'impact de l'aube. Le nombre d'éléments est limité dans la direction tangentielle du fait de la condition de géométrie axisymétrique.

Pour le calcul, l'objectif est l'augmentation de la raideur en fixant une valeur maximale de fraction massique de 0,8.

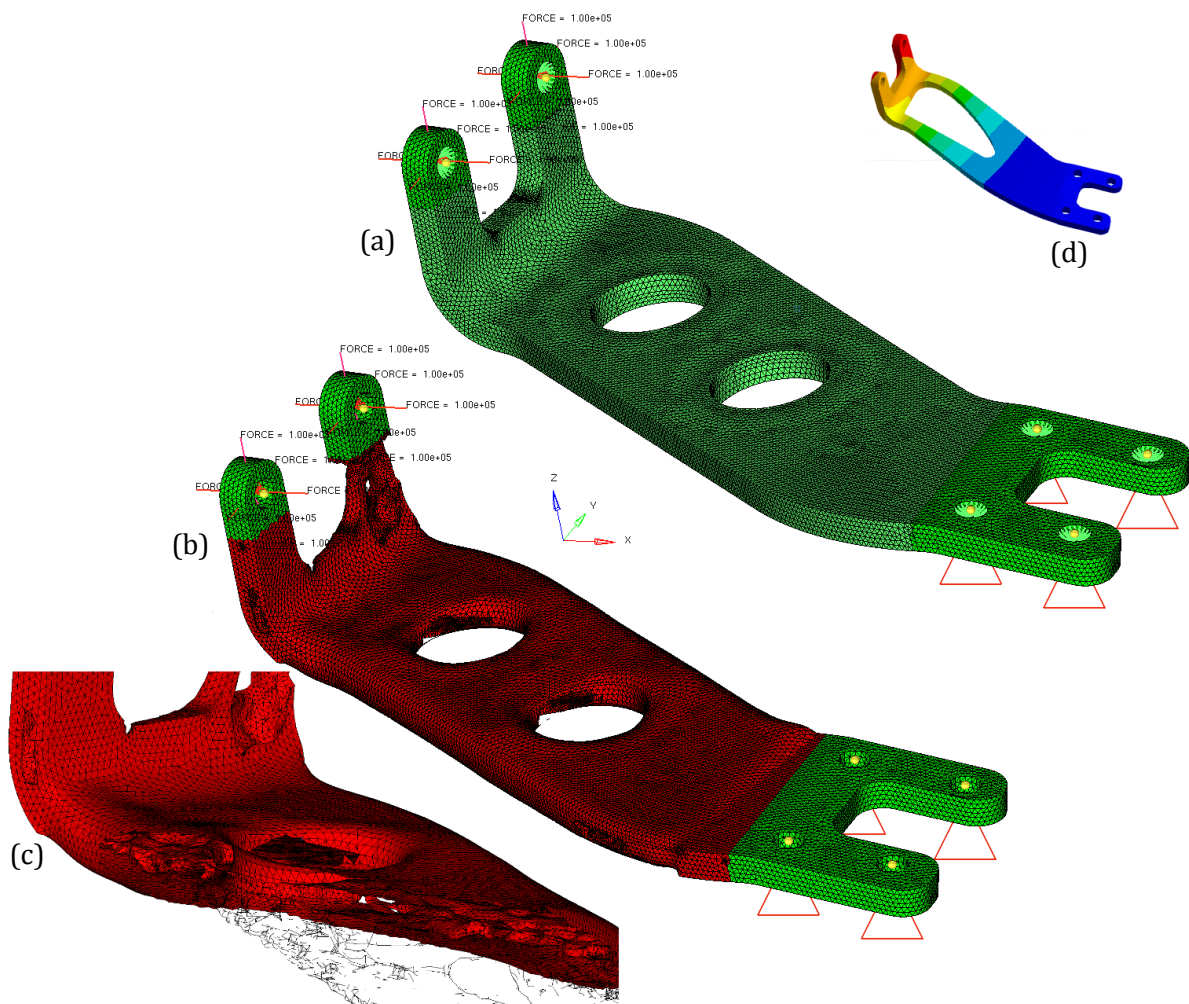


Figure 4.5 – Pièce fournie par Turbomeca pour essai d'optimisation topologique, (a) pièce originale maillée avec les conditions de chargement, (b) pièce après calcul d'optimisation topologique et topographique, les éléments verts ne subissent pas le calcul d'optimisation, (c) gros plan de (b) avec des éléments masqués permettant de voir la structure interne évidée, (d) pièce finale possible (résultat de Turbomeca).

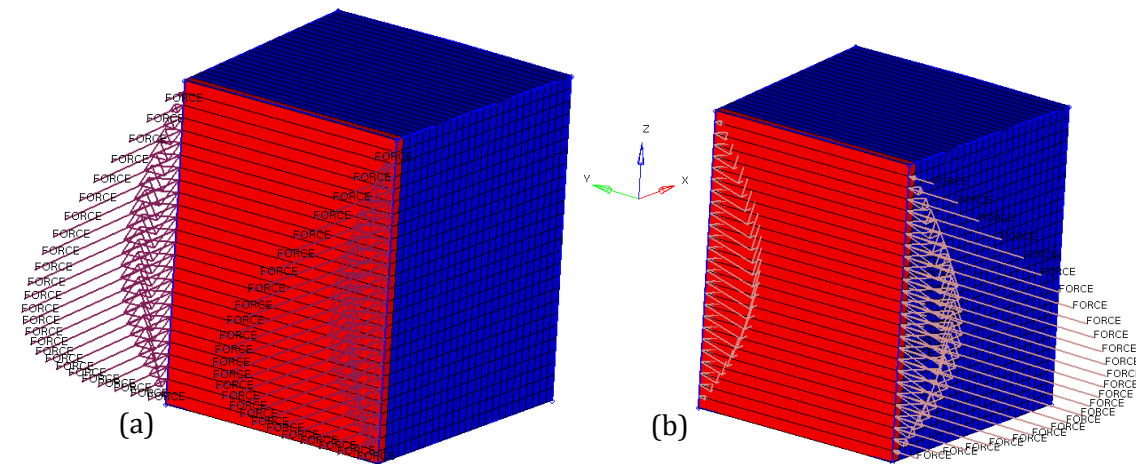


Figure 4.6 – Secteur de blindage maillé soumis à un chargement sinusoïdal radial (a) pour figurer le gonflement de la pièce dû à la pression de l'air chaud et à un chargement tangentiel (b) pour figurer l'impact d'une aube. Les éléments rouges représentent les éléments de la face interne de la pièce qui ne sont pas soumis à l'optimisation

La Figure 4.7 montre les résultats de l'optimisation. Le secteur entier est visible en (a). La partie rouge à gauche représente les éléments dont la densité est à 1 et les éléments bleus à droite ceux dont la densité est 0. Ces éléments peuvent donc être retirés. La partie (b) représente la pièce sans les éléments de densité nulle. Tous les autres éléments restent présents. Il est à noter que la forme du profil extérieur suit quelque peu la forme de la sollicitation mécanique. La partie (c) permet de voir si le calcul a permis d'évider la structure. Malheureusement ce n'est pas le cas. L'optimisation a fait exactement ce qui était demandé : déterminer la forme la plus adaptée pour rigidifier la structure face au chargement imposé en supprimant 20 % de la masse. Simplement, le calcul s'est *contenté* de retirer la matière sur la face extérieure. Par la suite, les deux directions de sollicitation ont été simulées séparément, et plusieurs éléments ont été ajoutés dans la direction orthoradiale, mais sans permettre d'obtenir de structures creuses. Les résultats ainsi obtenus ne conviennent pas pour l'application.

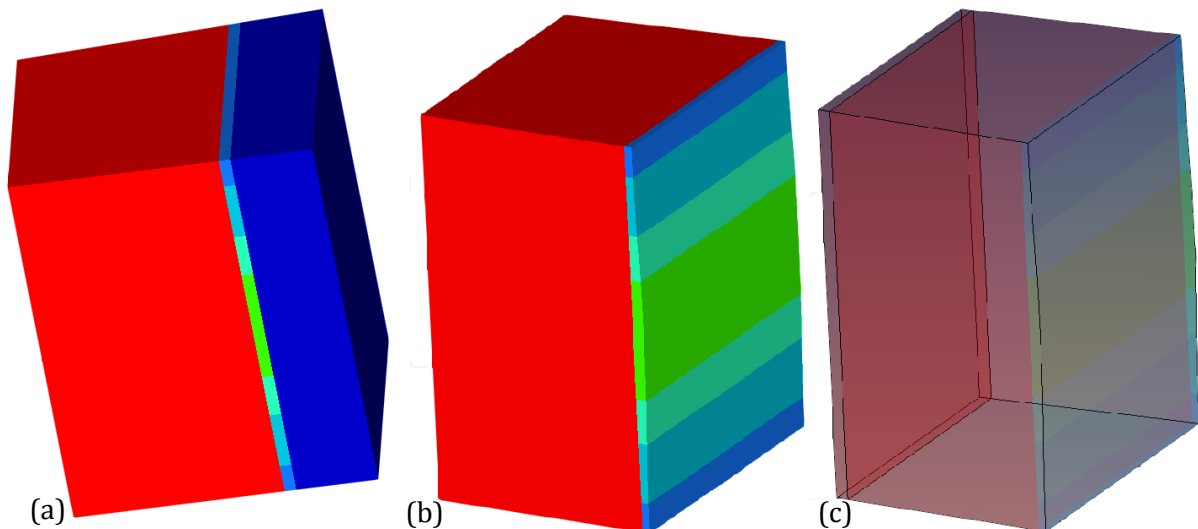


Figure 4.7 – Secteur de blindage, (a) pièce massive initiale, (b) géométrie optimisée avec une réduction de masse arbitraire, (c) vue transparente de (b) permettant d'observer la structure interne

En considérant ces résultats et la faible probabilité d'obtenir des structures creuses (périodiques) avec ce type de logiciels, il a été décidé de modifier la méthode de recherche de nouvelles géométries de blindage. Il n'est toutefois pas à écarter la possibilité d'effectuer une optimisation ultérieure sur la base d'une géométrie déjà creuse.

4.2.4. Simulation d'essai de flexion

La seconde méthodologie employée consiste à simuler des essais de flexion sur des structures de section constante ou périodiques et de choisir les quatre géométries les plus résistantes. L'objectif est de les produire par fusion sélective et de les soumettre à un test d'impact en tirant une bille à l'aide d'un canon. À cet effet, les géométries sont produites à une échelle réduite au sein d'un cadre particulier définissant l'éprouvette de tir (Figure 4.8) et dont les dimensions sont relativement fixes. Ce cadre permet à l'éprouvette d'être adaptée à l'essai et de faire en sorte que la sollicitation lors de l'impact soit la plus proche possible de celle vue par le blindage. Le projectile est tiré perpendiculairement à l'éprouvette.

La zone utile fait 70 mm de long, 16 mm de large, et l'épaisseur est comprise entre 2 mm et 4 mm selon la section, c'est à dire que la hauteur maximale de la section à optimiser est de 4 mm. Dans ces conditions, il est difficile de fabriquer puis de tester des structures cellulaires hybrides.

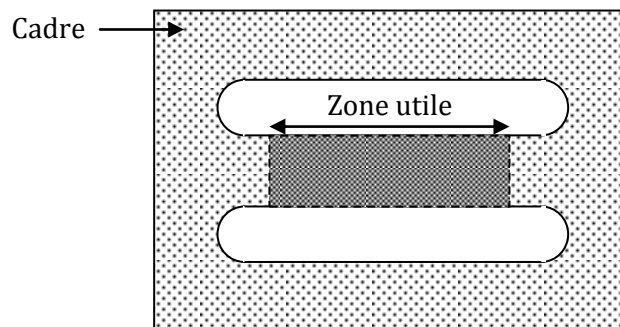


Figure 4.8 – Représentation d'une éprouvette de tir vue du dessus, c'est-à-dire vue par le projectile. L'épaisseur de la zone utile est 4 à 5 fois plus petite que celle du cadre. Celui-ci est maintenu fixe par un système d'encastrement pendant l'essai afin de maintenir en place la zone utile. L'échelle n'est pas respectée.

Quelques-unes de ces géométries sont représentées sur la Figure 4.9 en plus d'un aperçu du maillage de l'éprouvette pyramidale à deux étages et dont les supports pyramidaux sont en phase, c'est-à-dire « les uns sur les autres ».

Il a été décidé de conserver la masse de la géométrie parallélépipédique de base dans la conception des autres géométries afin d'évaluer l'intensité de la déflexion pour une quantité de matière égale. La réduction de la masse de la pièce se fait dans un second temps, en fonction de la résistance de la géométrie. La conservation de la masse de la zone utile avec la création de partie creuse se fait en augmentant l'épaisseur de la structure.

Lors de la simulation de l'essai de flexion, l'éprouvette est encastree à chacune de ses extrémités et une force de 100 N est appliquée sur la section centrale de manière sinusoïdale. La Figure 4.10 présente les mesures de flèche obtenues après simulation, pour les différentes géométries présentées à la Figure 4.9. Toutes les géométries de cette figure possèdent une flèche inférieure à celle de la géométrie de base. Il est à noter que la structure à double étage avec les pyramides en phase (Ty) est plus rigide que la structure à pyramide en opposition de phase (Tx). La structure la plus résistante est la structure à section constante avec des évidements sous forme de tubes à section triangulaire.

Enfin, les structures dénommées T-400, T-700 et T-900 sont des structures pyramidales à simple étage comme celles étudiées dans le cas des structures hybrides. Le chiffre indique la largeur des bras de la pyramide en microns. Pour ces trois structures, la masse n'est pas conservée. Il apparaît que plus la largeur des bras est importante, et plus la masse et la rigidité est grande. Toutefois, pour une masse proche, la structure à simple étage T-900 est nettement moins rigide que les structures Tx et Ty, dont les bras de pyramides font 500 μm , indiquant qu'il

est préférable d'augmenter le nombre de couches. Toutefois, il n'a pas été testé de structure avec 3 ou 4 étages, cela augmentant de manière trop significative l'épaisseur et la masse de la pièce.

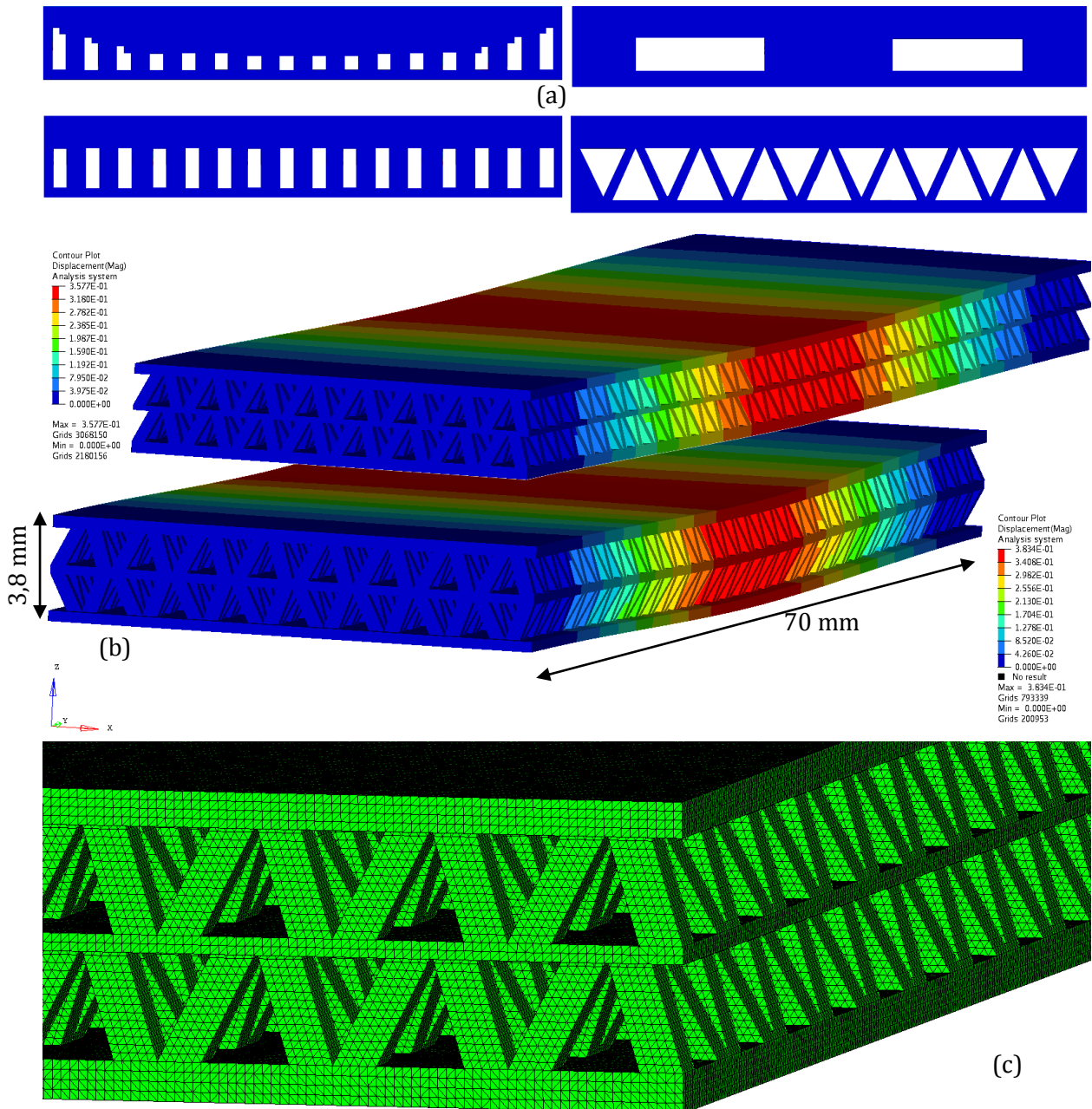


Figure 4.9 – Structures testées en flexion pour absorber l'impact. (a) Structures à section constante, (b) structures périodiques pyramidales représentées en flexion et calculé avec RADIOSS, (c) aperçu d'un maillage.

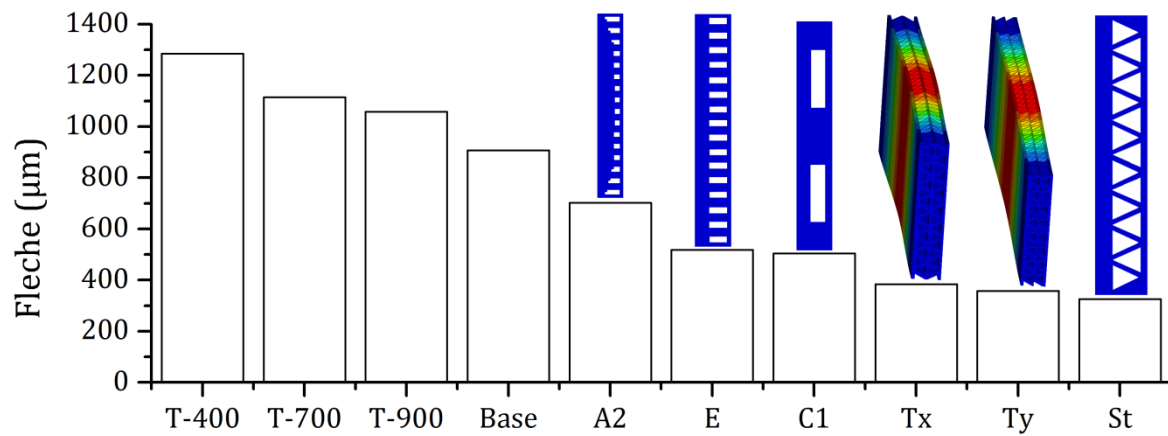


Figure 4.10 – Mesure de la flèche après simulations des essais de flexion pour différentes géométries. Toutes les géométries entre « Base et « St » ont la même masse.

4.3. ÉTUDE DU MATÉRIAU MASSIF ÉLABORÉ PAR SLM

4.3.1. Conditions expérimentales de l'étude

Afin d'observer l'influence des paramètres de fabrication sur la microstructure et la densité du matériau consolidé, cinq jeux de paramètres ont été utilisés pour construire un parallélépipède rectangle dont les dimensions (longueur x largeur x hauteur, en mm) sont : 10 x 2 x 10. Ces jeux de paramètres sont donnés dans le [Tableau 4.3](#) et sont rangés par énergie surfacique croissante. M1 représente alors le mur construit avec les paramètres optimisés pour augmenter le rendement énergétique du faisceau laser. Il est à noter que M4 représente les paramètres de fabrication d'éprouvettes de traction en Inconel 625 rapportés par Yadroitsev et coll. [\[YAD09\]](#) sur une machine phénix PM100 sensiblement identique à celle utilisée ici.

Mur	Puissance (W)	Vitesse (mm/s)	Écart-vecteur (μm)	Énergie surfacique (MJ/m^2)
M1	154	750	100	2,05
M2	79	500	50	3,16
M3	120	250	100	4,8
M4	50	130	60	6,41
M5	79	100	50	15,8

Tableau 4.3 – Tableau regroupant les jeux de paramètres étudiés dans ce chapitre. M4 correspond au jeu de paramètre utilisé par Yadroitsev et coll. dans [\[YAD09\]](#) sur une machine phénix PM100 sensiblement identique mais équipée d'un laser ne pouvant pas délivrer une puissance supérieure à 50 W.

Pour les constructions de plusieurs dizaines ou centaines de couches, les paramètres de mise en couche utilisés lors des études paramétriques, soit un abaissement du piston de fabrication de 50 μm et un taux de compactage nul, ne conviennent plus comme le montrent les modèles elliptique et parabolique.

Ainsi, pour la fabrication des parallélépipèdes ou « murs », d'autres paramètres mécaniques ont été utilisés : un abaissement du plateau de fabrication de 40 μm et un taux de compactage de 10 %. Malgré le changement de paramètres de mise en couche, la convergence de l'épaisseur de couche à 30 μm s'effectue rapidement et la hauteur de poudre à irradier est identique à celle de l'étude paramétrique car elle ne dépend que de la compacité du lit de poudre (et du retrait). Or, la poudre composant le lit de poudre n'est pas changée. Ainsi les études paramétriques qui ont été menées sont parfaitement utilisables.

La stratégie de balayage employée est celle décrite au paragraphe précédent : rotation du vecteur de balayage de 90° à chaque nouvelle couche. Les deux directions de balayage ont été choisies pour être parallèles aux contours des murs.

Les différents jeux de paramètres, qui permettent de balayer la plage d'énergie surfacique, aboutissent à des murs de rugosité (et de couleurs) différentes. Aucune mesure de rugosité n'a été effectuée, mais les murs sont visibles sur la [Figure 4.11](#). Aucun balayage de contour n'a été utilisé pendant la fabrication, et plus l'énergie surfacique utilisée est importante et plus la surface du mur est foncée. Les reflets sur le dessus des murs M2 et M3 et dans une moindre mesure M1 indiquent que la dernière couche est incurvée vers l'intérieur ; la pièce présente une concavité. Pour les deux autres murs, l'état de surface est trop rugueux pour présenter cette réflexion.

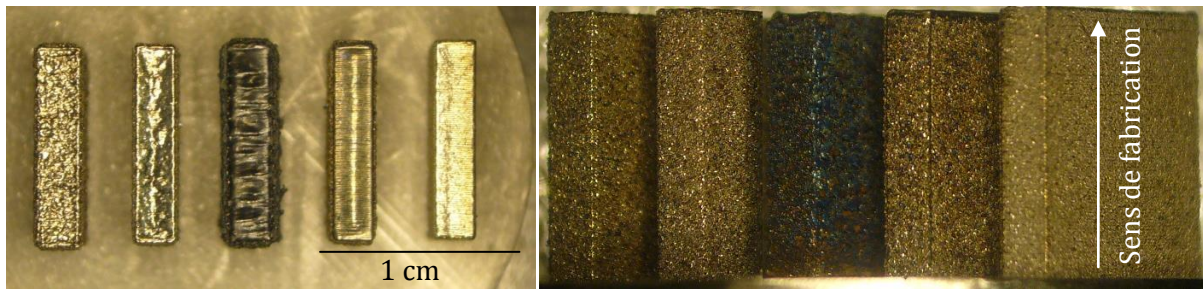


Figure 4.11 – Photographies des cinq murs construits pour évaluer différents jeux de paramètres. (a) vue du dessus présentant de gauche à droite : M4, M2, M5, M3 et M1, (b) vue de côté présentant l'aspect de surface des murs placés dans le même ordre qu'en (a).

4.3.2. Calcul de rendement énergétique théorique

Du fait de la forme simple des murs, il est possible de calculer théoriquement l'énergie du faisceau laser nécessaire à la fabrication ainsi que le rendement de conversion dudit faisceau. Pour cela, il suffit de connaître l'énergie linéique du faisceau, obtenue par l'intermédiaire de la puissance et de la vitesse de balayage, et la longueur totale parcourue par le faisceau laser pendant la construction. Cette longueur dépend fortement de l'écart-vecteur, mais est indépendante de la vitesse à laquelle elle est parcourue et de la puissance du faisceau.

Du fait de la forme très simple des murs, le calcul de la distance totale à parcourir par le faisceau est aisé. Les murs font 10 mm de haut ce qui représente 333 couches si chacune fait 30 μm . Il y a donc 167 couches impaires et 166 couches paires. À chaque couche impaire, le faisceau laser parcourt des distances de 2 mm. Pour un écart-vecteur de 50 μm , le laser effectue 200 passages, tandis que pour un écart-vecteur de 100 μm il ne fait que 100 passages. Au niveau des couches paires, le laser parcourt des distances de 10 mm. Pour un écart vecteur de 50 μm , le balayage de la surface nécessite quarante passages, tandis qu'il n'en nécessite que vingt pour un écart-vecteur de 100 μm . Ainsi, la longueur totale parcourue par le laser pour un écart-vecteur de 50 μm est de³² 133,2 m. Pour un écart-vecteur double de 100 μm , la distance à parcourir est réduite de moitié car égale à³³ 66,6 m. Le résultat du calcul ne change pas en inversant les motifs pairs et impairs.

Le produit de l'énergie linéique et de la distance parcourue donne l'énergie totale fournie par le faisceau laser au matériau lors de la fabrication. Les murs ainsi construits représentent un volume de matière de 0,2 cm^3 . En considérant les propriétés thermiques du matériau, il faut 1,65 kJ utile pour fondre ce volume. En rapportant l'énergie totale du laser à l'énergie utile pour la fusion des murs, il vient le *rendement volumique* énergétique du faisceau laser.

La Figure 4.12 donne l'évolution de ce rendement volumique en fonction de l'énergie surfacique de plusieurs jeux de paramètres. Il est à remarquer que les rendements volumiques sont plus faibles que les rendements surfaciques calculés au chapitre précédent. En effet, pour une énergie surfacique de 2 MJ/m^2 , le rendement surfacique est de 40 % tandis que le rendement volumique passe à 12 %. Il est à rappeler que les énergies surfaciques inférieures à 2 MJ/m^2 ne permettent pas de construire, et donc que le rendement volumique est au mieux égal à 12 %. Le chapitre 6 s'étendra plus sur le sujet.

³² $167 \times 200 \times 2000 + 166 \times 10000 \times 40$

³³ $167 \times 100 \times 2000 + 166 \times 10000 \times 20 = 0,5 (167 \times 200 \times 2000 + 166 \times 10000 \times 40)$

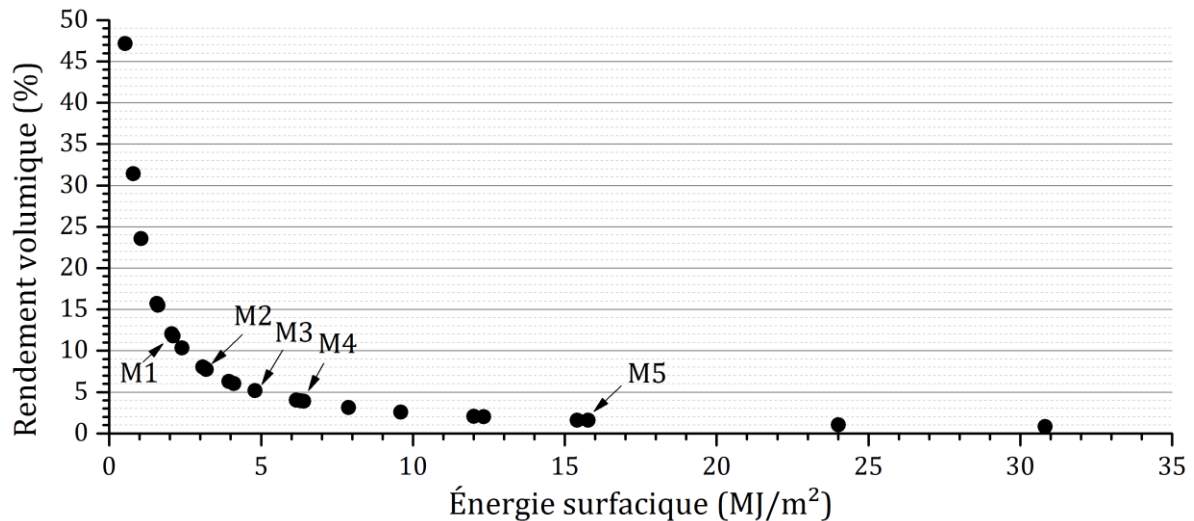


Figure 4.12 – Évolution du rendement énergétique volumique théorique du faisceau laser dans la fusion des murs en fonction de l'énergie surfacique, pour les paramètres étudiés expérimentalement et d'autres paramètres non utilisés expérimentalement.

4.3.3. Porosité des murs

La mesure de porosité au sein des murs a été faite après polissage d'une des faces les plus grandes (1 cm²) ce qui permet d'avoir une certaine représentativité. Les mesures données dans le [Tableau 4.4](#) correspondent aux porosités observées sur l'ensemble d'une face pour chaque mur. L'incertitude donnée représente la variabilité d'une micrographie à l'autre.

Mur	Énergie linéique (J/m)	Énergie surfacique (MJ/m²)	Densité apparente (%)	Porosité (%)
M1	205	2,05	99,98 ± 0,013	0,02
M2	158	3,16	99,99 ± 0,006	0,01
M3	480	4,8	96,44 ± 0,69	3,56
M4	385	6,41	99,98 ± 0,015	0,02
M5	790	15,8	97,90 ± 0,51	2,1

Tableau 4.4 – Tableau regroupant la densité apparente ainsi que la porosité des murs fabriqués avec les différents jeux de paramètres.

Hormis pour les murs 3 et 5 la porosité présente est faible car inférieure à 0,03 %. Cela indique un matériau plutôt sain.

Pour ces murs 3 et 5, la porosité provient d'un apport énergétique trop important ([Figure 4.13](#)). En effet, les cavités présentes, de 50 µm à 100 µm sont très nombreuses et particulièrement sphériques ce qui traduit une fusion par formation d'un capillaire. Le refroidissement qui suit la fusion est suffisamment rapide pour piéger la vapeur métallique. Il est vrai que l'énergie surfacique de M4 est supérieure à celle de M3, mais dans le cas présent ce n'est pas l'énergie surfacique qu'il convient d'observer mais la densité d'énergie apportée localement. Une façon d'observer cette densité d'énergie est de calculer le rapport de l'énergie linéique du faisceau et de son diamètre. Plus cette grandeur est importante, et plus l'énergie apportée sur une même surface est grande. Par définition, le diamètre du faisceau est indépendant de la puissance. De même, il est indépendant de la vitesse de balayage. Il s'agit donc de calculer un rapport avec un dénominateur constant. Ainsi, pour observer l'évolution de la densité d'énergie, il suffit d'observer l'évolution du numérateur, c'est-à-dire de l'énergie linéique. De fait, M3 et M5 sont les jeux de paramètres dont l'énergie linéique est la plus importante, respectivement 790 J/m et 480 J/m. Ces énergies linéiques sont trop importantes pour produire un matériau sain après quelques passes.

La variabilité importante de la densité pour ces jeux 3 et 5 provient du fait que les bords de ces murs présentent moins de porosité (Figure 4.14). Cela traduit une concentration d'énergie moindre, qui peut être associée à un refroidissement global plus rapide. En outre, la Figure 4.14 montre une agglomération des particules du lit de poudre sur les bords plus importante pour M3 et M5 que pour M1, ce qui modifie nettement la rugosité comme il peut l'être vu sur la Figure 4.11 (a).

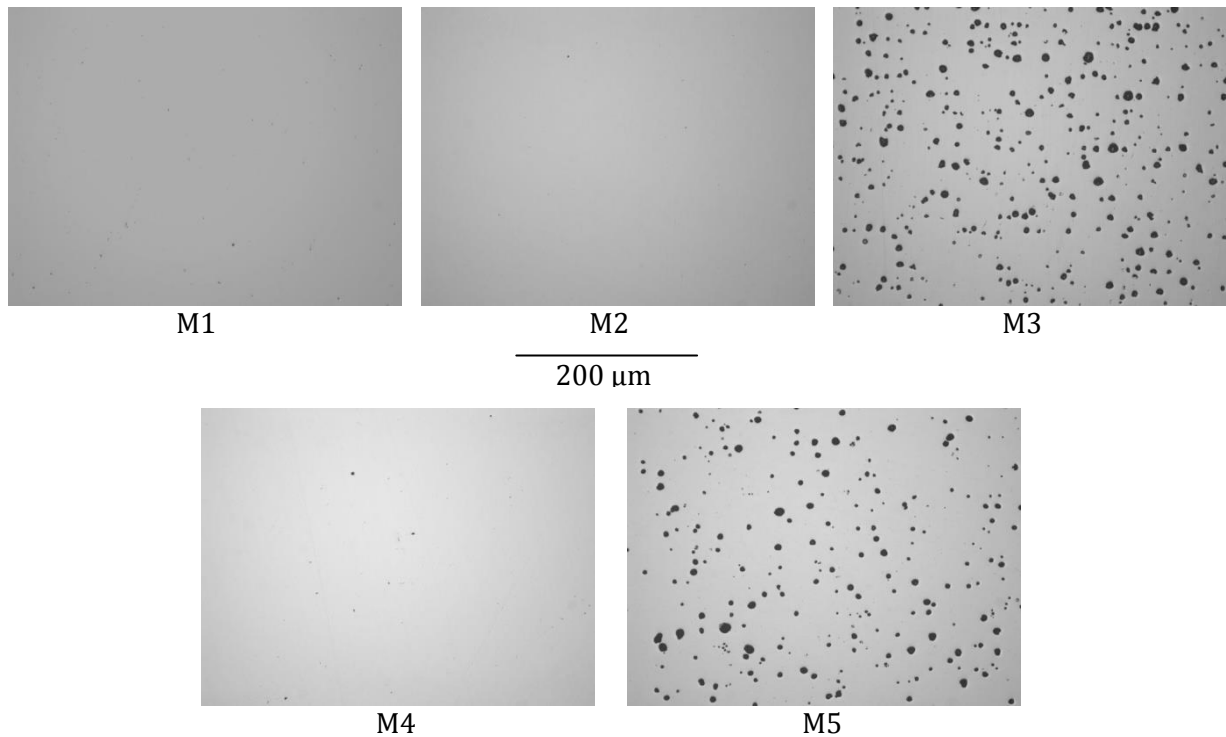


Figure 4.13 – Micrographie des cinq murs étudiés montrant l'état de porosité à l'intérieur du matériau.

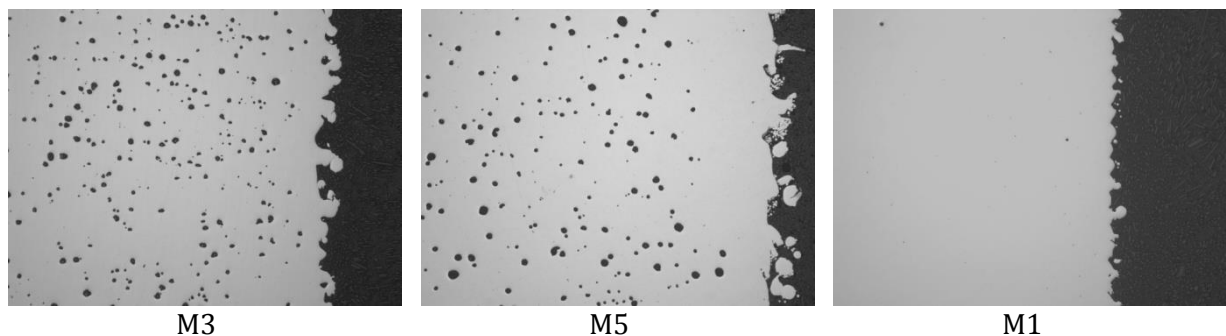


Figure 4.14 – Micrographie des murs M3, M5 et M1 montrant l'état de porosité à l'intérieur du matériau et sur les bords. Le bord des échantillons montre la présence plus ou moins importante de particules de poudre qui ont été collées au mur par les forces capillaires pendant la construction.

L'apparition de cavités relativement sphériques dans le matériau permet de mettre en exergue que, outre l'énergie surfacique, la densité d'énergie locale, c'est-à-dire l'énergie linéique, doit aussi être limitée. Dans le chapitre précédent sur la consolidation de surface, les jeux de paramètres utilisés ici ne présentaient pas de cavitation. La faible zone irradiée empêchait un chauffage trop important de la zone et l'établissement d'un régime thermique stationnaire. Pour des constructions plus importantes, ce n'est plus le cas.

4.3.4. Microstructure et vitesse de solidification

Une attaque électrolytique au sulfate de cuivre de l'alliage permet de révéler la structure des cordons. La Figure 4.15 montre cette structure pour les murs M1 et M2. De plus, l'observation de la dernière couche consolidée permet de mesurer la profondeur de fusion caractéristique des paramètres employés. Par ordre d'énergie surfacique croissante, les profondeurs de fusion sont estimées à 160 μm (M1), 90 μm (M2), 260 μm (M3), 90 μm (M4) et 260 μm (M5). La Figure 4.15 montre la dernière couche des murs ce qui permet de bien observer les cordons et la non planéité de la surface qui peut influencer la mise en couche.

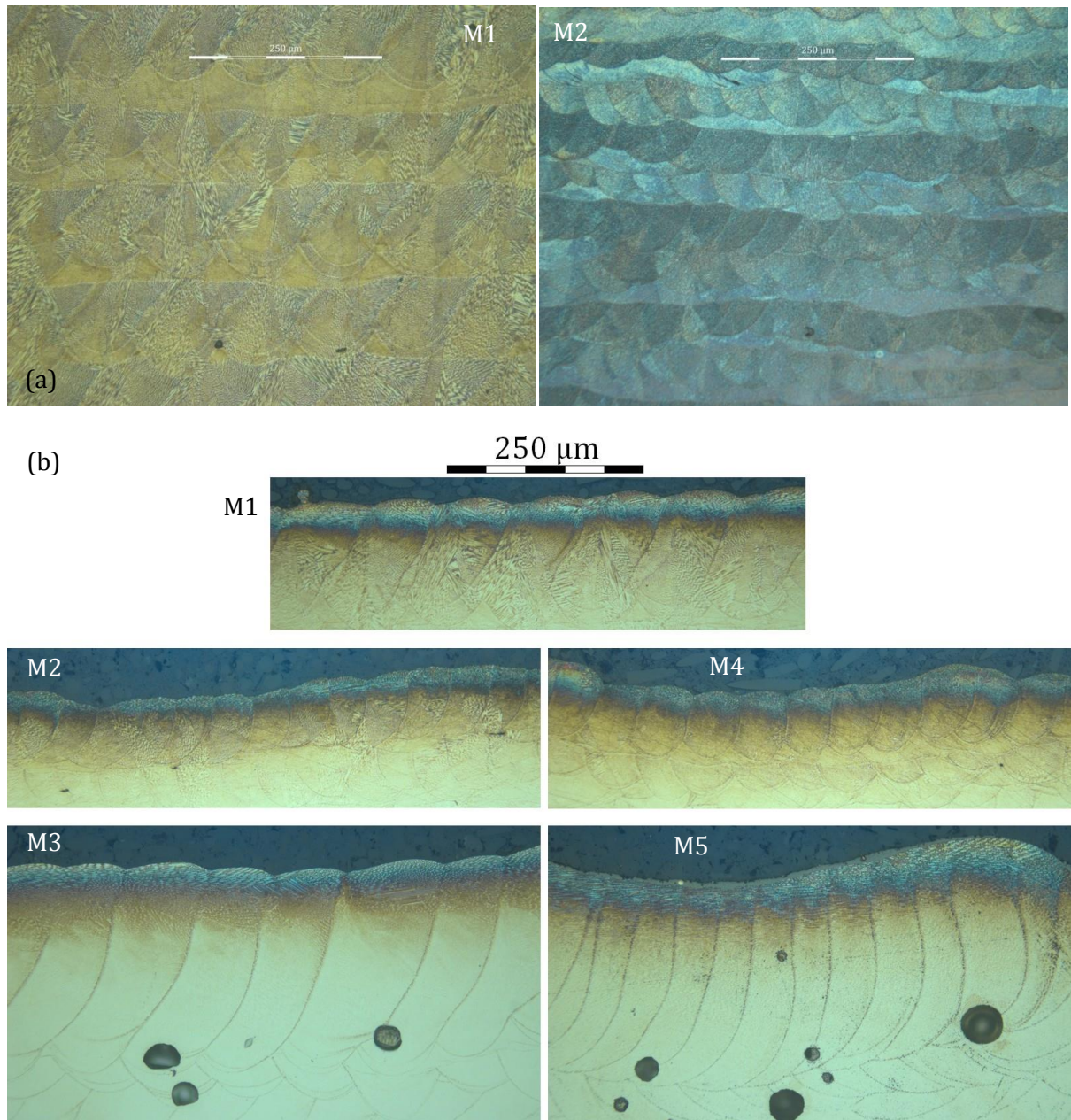


Figure 4.15 – (a) Micrographie optique représentant la structure régulière des cordons formant les murs M1 et M2. (b) Micrographie optique de la dernière couche des cinq murs étudiés. Les micrographies ont été obtenues après une attaque électrolytique au sulfate de cuivre ce qui explique la coloration. Les barres d'échelle représentent toujours 250 μm .

La microstructure de l'Inconel 625 élaboré par SLM est essentiellement composée de dendrites primaires qui croissent de manière parallèle les unes aux autres au sein d'un même

grain. Lors d'une vue en coupe, ces dendrites peuvent prendre l'apparence de cellules ou d'aiguilles comme l'indique la Figure 4.16. Des précipités sphériques d'environ 50 nm sont aussi présents et traduiraient l'existence de carbures MC dans l'alliage. Cette microstructure est tout à fait conforme aux attentes d'après la partie bibliographique précédente.

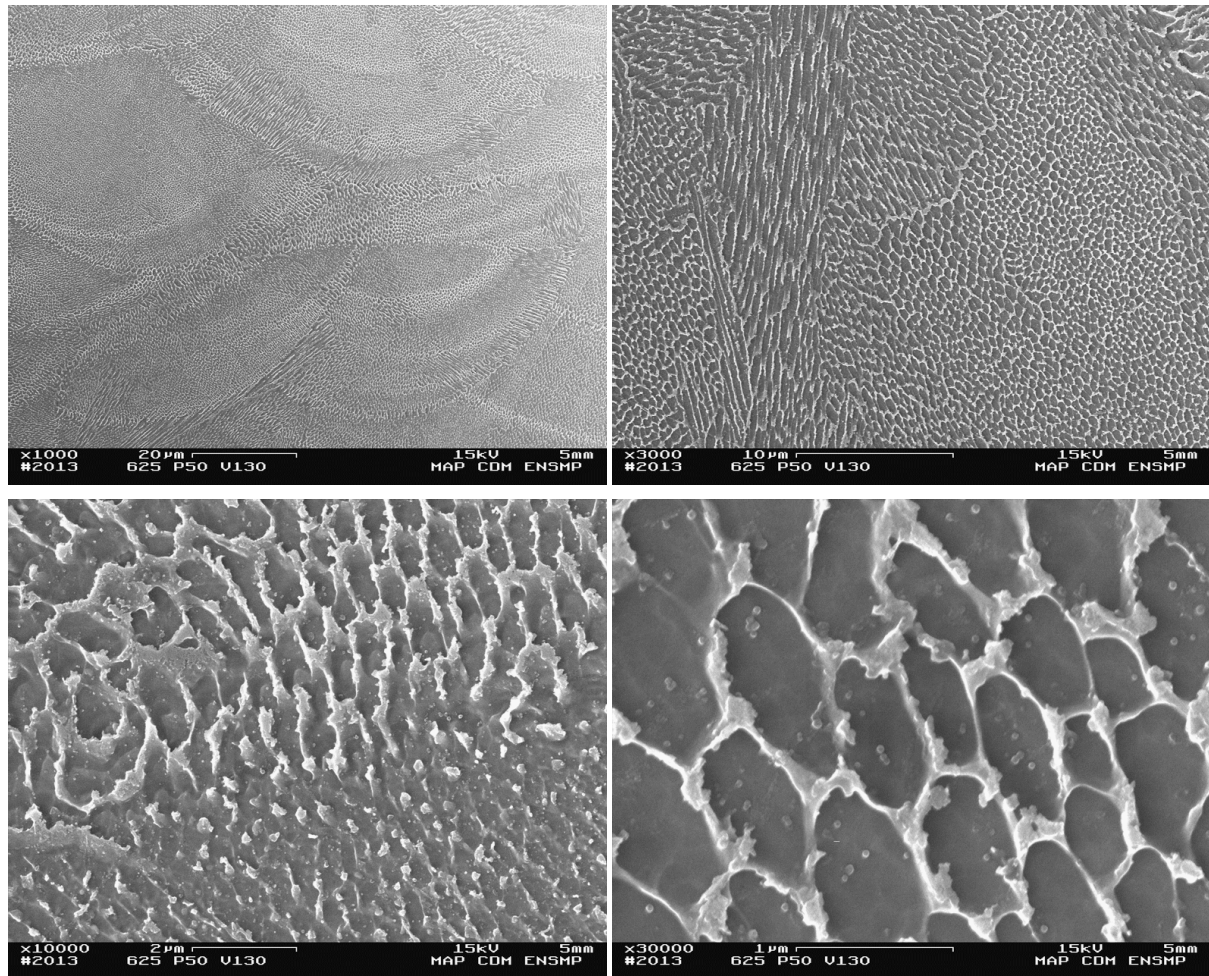


Figure 4.16 – Microstructure de l’Inconel 625 élaboré par SLM pour M4. Observation de l’alliage après attaque chimique à l’eau régale.

4.3.4.1. Vitesse de solidification de la poudre

Il est bien établi qu’il est possible d’estimer la vitesse de refroidissement d’un alliage depuis l’état liquide jusqu’à sa solidification en mesurant l’espace entre les bras secondaires des dendrites. La vitesse de refroidissement est le produit scalaire du gradient thermique et de la vitesse d’avance du front de solidification. La mesure d’espacement inter-dendritique secondaire est estimée entre le micron et le demi-micron sur des particules de poudre et même, selon les résultats de Duflos et Stohr [DUF82], de Frenk et Kurz [FRE93] et de Whitesell et coll. [WHI00], à une vitesse de refroidissement comprise entre $3 \cdot 10^4$ K/s et $2 \cdot 10^5$ K/s comme l’indique la Figure 4.17 (a). C’est notamment de cette mesure d’espacement inter-dendritique secondaire que provient la vitesse de refroidissement de la poudre exprimée au paragraphe 3.1.4. Ces vitesses sont en bon accord avec les résultats de Lu [LU87] qui établit une relation entre la distance inter-dendritique secondaire et le diamètre de particules d’Astroloy atomisées à l’argon, un superalliage à base nickel dont la composition est proche de l’Inconel 738. La Figure 4.17 (b) présente cette relation ainsi que quelques points provenant de l’analyse de particules d’Inconel 625. Il est à noter que les diamètres reportés proviennent de la section de poudre enrobée. Le diamètre réel des poudres est soit égal à celui reporté, soit supérieur.

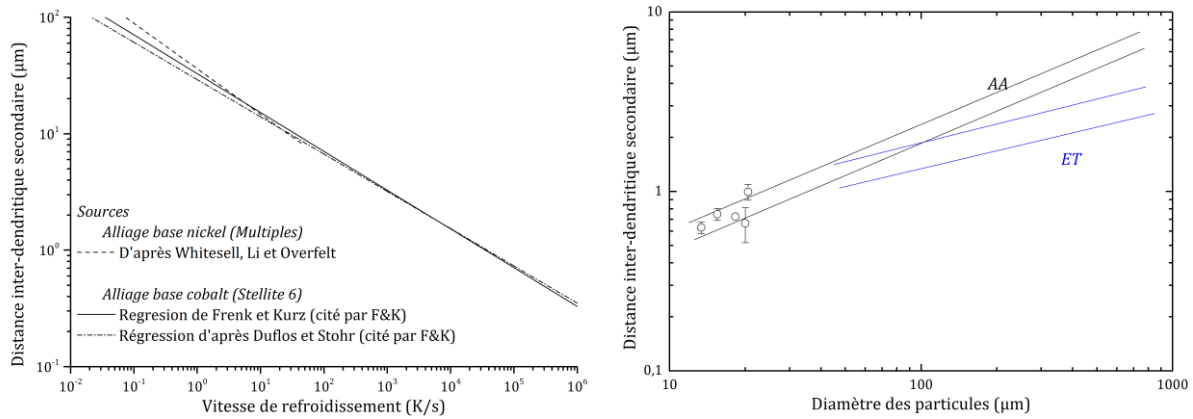


Figure 4.17 – (a) Graphe regroupant les données de [FRE93], [DUF82] et [WHI00] concernant la relation entre la distance inter-dendritique et la vitesse de refroidissement pour des alliages à base nickel et à base cobalt. (b) Reproduction provenant de [LU87] donnant le lien entre la distance inter-dendritique secondaire et le diamètre des particules observé par Lu et agrémentée de points expérimentaux relatifs à l'Inconel 625. AA dénote l'élaboration de poudre par atomisation à l'argon tandis que ET traduit l'élaboration par électrode tournante.

4.3.4.2. Vitesse de solidification du matériau SLM

Cette approche consistant à mesurer l'espacement inter-dendritique secondaire n'est plus possible pour l'alliage élaboré par SLM car les bras secondaires n'ont pas eu le temps de se développer.

Cependant, Whitesell et coll. [WHI00] établissent aussi une relation entre l'espacement inter-dendritique primaire et la vitesse de refroidissement pour différents superalliages à base nickel. Une extrapolation des données permet d'estimer que l'alliage élaboré par SLM refroidit avec une vitesse comprise entre $7 \cdot 10^4 \text{ K/s}$ et $4 \cdot 10^6 \text{ K/s}$ du fait de l'espacement inter-dendritique primaire compris entre 300 nm et 800 nm avec une valeur moyenne de 550 nm. Il s'agit là de vitesses de refroidissement locales qui dépendent de l'environnement proche de l'alliage liquide ainsi que de sa température, ce qui explique la grande plage d'espacement inter-dendritique possible. L'espacement inter-dendritique primaire de l'alliage produit par DMD par Ganesh et coll. [GAN10] est estimé à 10 μm ce qui traduit une vitesse de refroidissement autour de 100 K/s . Si une telle vitesse de refroidissement empêche la formation de phase autre que la matrice γ dans une proportion suffisante pour être détectée par diffraction des rayons X, il est peu probable que la vitesse de refroidissement observée en SLM autorise l'existence d'autre phase que la phase γ et, peut-être, des carbures primaires NbC.

Au final, la vitesse de refroidissement de l'alliage élaboré par SLM est environ vingt fois plus rapide que celle de la poudre atomisée. Ceci implique que le matériau ayant vu le faisceau laser peut être dans un état fortement hors d'équilibre. Ce caractère métastable a déjà été montré au chapitre précédent lors de l'analyse des thermogrammes, sans être véritablement présenté. L'enthalpie de relaxation de la poudre a été estimée à 17,8 kJ/kg tandis que celle de l'alliage SLM a été estimée à 21,1 kJ/kg. Les deux enthalpies de relaxation pour les deux formes de l'alliage sont assez proches. La différence n'est pas significative pour considérer une réelle distinction entre ces deux estimations, ce qui signifie que les deux alliages présentent un état hors d'équilibre similaire. En outre, les cinétiques de précipitation des différentes phases sont suffisamment lentes pour que le pic exothermique ne traduise pas un réarrangement suite à une transformation de phase, mais plutôt une relaxation de contraintes internes.

4.3.5. Détermination de la texture des grains par EBSD

La diffraction des électrons rétrodiffusés (*Electron backscattered diffraction, EBSD*) dans une chambre de microscope électronique à balayage permet d'observer la structure des grains du matériau. Par définition, chaque grain est orienté différemment de son voisin ce qui aboutit à des conditions de diffraction différentes. Il est alors possible de remonter à l'orientation des grains et d'indexer ces orientations cristallines par un code de couleur lors de l'observation d'une surface. La cartographie se présente alors sous la forme de zones plus ou moins larges de couleurs différentes délimitant les différents grains. Chaque couleur désigne une orientation spécifique et chaque alternance un joint de grains. Dans les figures présentées dans ce paragraphe, les joints de grains sont matérialisés par une ligne noire et correspondent à une désorientation entre deux points adjacents comprise entre 15° et 70° .

Dans une étude EBSD, deux repères différents sont utilisés : le repère associé à l'échantillon, et le repère cristallin de chaque grain. Le trièdre direct formant le repère associé à l'échantillon est composé de la direction de fabrication, de la direction transverse et de la direction normale à la surface de l'échantillon comme indiqué sur la Figure 4.18 sur la géométrie des murs. L'indexation des couleurs se fait en choisissant une direction particulière dans le repère de l'échantillon, par exemple la direction de fabrication. La figure de pôle inverse de la Figure 4.18 définit la légende des couleurs. Chaque couleur représente une famille de direction cristalline $\langle 001 \rangle$, $\langle 101 \rangle$ ou $\langle 111 \rangle$ ³⁴ alignée avec la direction choisie du repère de l'échantillon. Dans le cas présent, un grain rouge correspondrait à un grain dont les axes cristallins $\langle 001 \rangle$ sont alignés avec la direction de fabrication. Pour un grain vert, ce sont les axes $\langle 101 \rangle$ qui sont alignés avec \vec{f} et pour un grain bleu ce sont les axes $\langle 111 \rangle$. Le mélange et l'intensité des couleurs définissent différentes orientations. Par exemple, un grain jaune indique un grain dont la famille de direction $\langle 102 \rangle$ ($\langle 001 \rangle + \langle 101 \rangle$) est alignée avec \vec{f} .

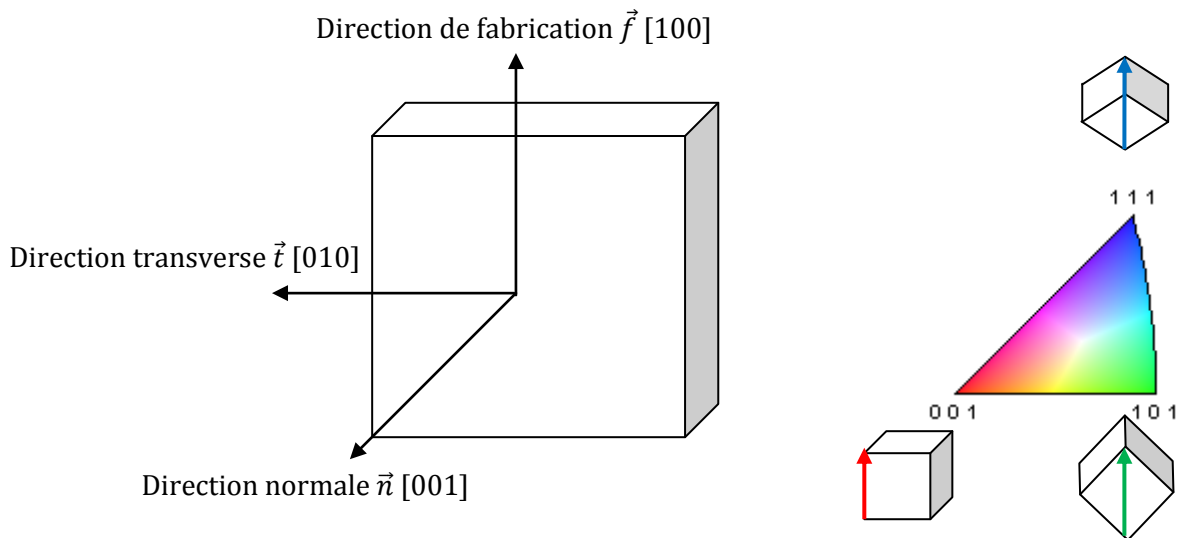


Figure 4.18 – (a) Repère direct associé à l'échantillon formé par la direction de fabrication, la direction transverse et la normale à la surface observée. (b) Figure de pôle inverse servant de légende à l'indexation des couleurs des cartographies EBSD. Chaque couleur correspond à l'alignement d'une orientation cristalline avec la direction normale à l'échantillon.

³⁴ En cristallographie, un plan se note entre parenthèses {}, une famille de plans entre accolades {}, une direction entre crochets [] et une famille de directions entre chevrons <>. Dans la suite, les directions feront référence au repère de l'échantillon tandis que les familles de directions <> feront référence aux familles de directions cristallines. Par exemple, pour un réseau cubique, la famille de direction $\langle 001 \rangle$ est constituée des directions [100], [010], [001] et de leurs opposées $[\bar{1}00]$, $[0\bar{1}0]$, $[00\bar{1}]$.

Il est possible d'indexer les couleurs selon n'importe quelle direction relative à l'échantillon. Du fait des symétries du réseau cristallin, en particulier la symétrie cubique qui s'applique ici, la connaissance d'une seule figure de pôle ne permet pas de déterminer complètement l'orientation cristalline. En effet, si les directions cristallines $\langle 100 \rangle$, par exemple, sont alignées avec \vec{n} , il y a une infinité d'orientations possibles par rapport à la direction de fabrication ou par rapport à la direction transverse. Pour déterminer complètement l'orientation des grains il faut avoir au moins deux figures de pôle inverse. Dans la suite, quatre directions seront étudiées : $[100]$, $[010]$, $[001]$ et $[110]$ pour quatre échantillons.

La Figure 4.19 donne les cartographies EBSD de la jonction entre le substrat et l'alliage consolidé par laser pour les échantillons M1, M2, M4 et M5. Elles sont rangées par ordre croissant d'énergie surfacique.

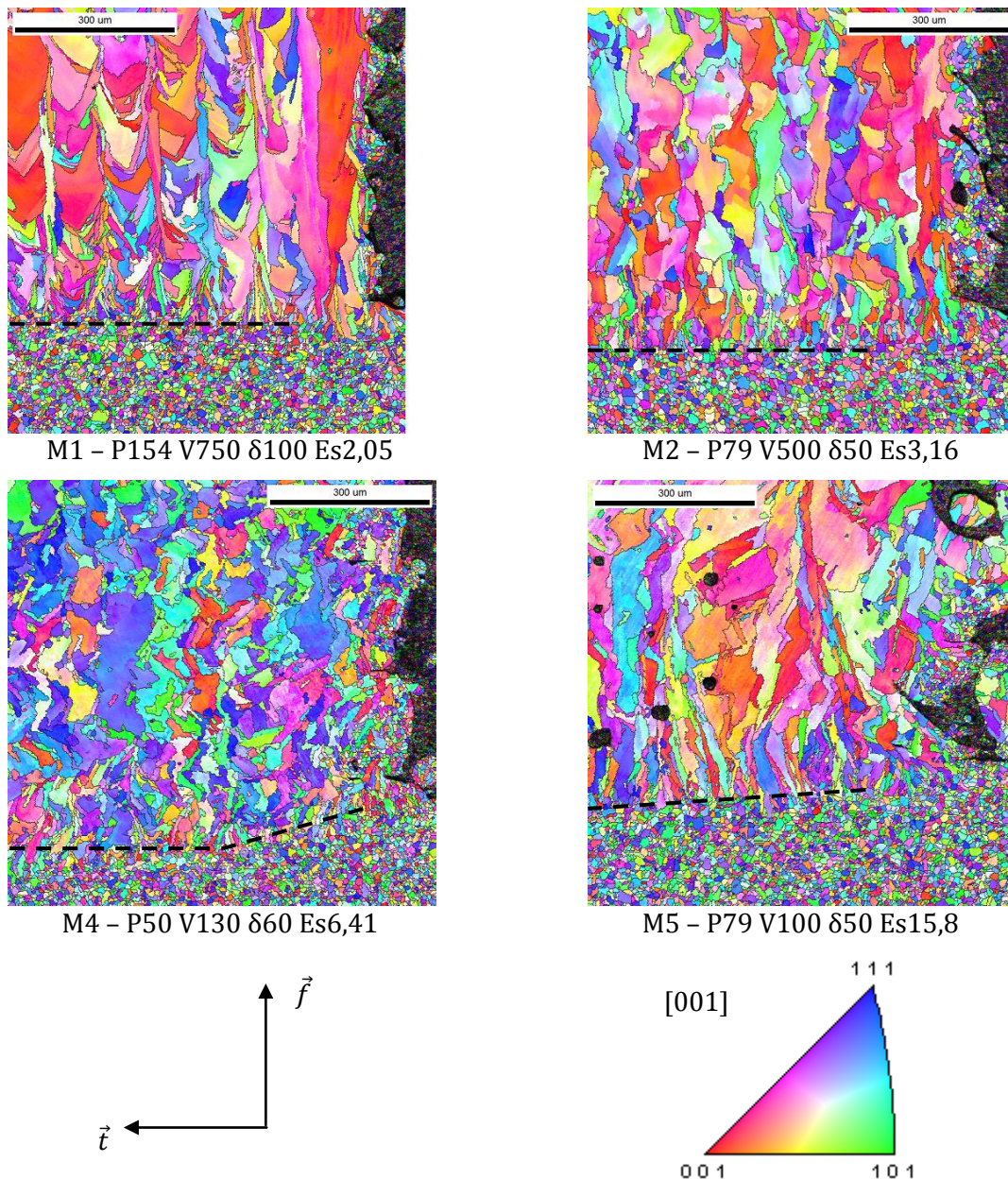


Figure 4.19 – Cartographies EBSD des murs M1, M2, M4 et M5 rangées par ordre croissant d'énergie surfacique et montrant la structure de grains des différents murs à la jonction avec le substrat. L'indexation des couleurs, dont la légende est indiquée par le triangle stéréographique, représente les orientations cristallines alignées avec la direction normale de l'échantillon. Toutes les figures sont à la même échelle, et la barre représente 300 μm .

Ces cartographies montrent une structure très fine au niveau du substrat, la taille des grains est comprise entre $3\text{ }\mu\text{m}$ et $20\text{ }\mu\text{m}$ avec une taille moyenne de $10\text{ }\mu\text{m}$. Elles permettent aussi d'observer le début de la croissance colonnaire des grains et la profondeur à laquelle ils commencent dans le substrat. Cela illustre l'augmentation de la profondeur de refusion avec l'énergie surfacique et avec les dimensions de la surface à balayer. Après les premiers cordons, l'énergie apportée par la consolidation des cordons ultérieurs s'ajoute à l'énergie thermique résiduelle et permet, dans certains cas, une fusion plus profonde qu'à l'état initial. Il s'établit un régime thermique stationnaire qui mène à une profondeur refondue constante après quelques cordons adjacents.

Malgré une énergie surfacique et une densité d'énergie supérieures à celles de M4, M5 semble présenter une profondeur de fusion du substrat inférieure. Cette observation n'est pas expliquée.

Ces cartographies permettent aussi de mettre en évidence le caractère singulier du refroidissement des bords. En effet ils présentent tous une microstructure plus fine traduisant un refroidissement plus rapide (M1) ou le collage de particules non fondues sur la paroi (M5) ou vraisemblablement un mélange des deux (M2 et M4).

Au regard de cet intérêt pour le bord des constructions, il peut être remarqué que la Figure 4.14 indique un bord dentelé régulier pour le mur 1. Avec l'augmentation de l'apport d'énergie, l'alliage liquide peut atteindre une température supérieure ce qui fluidifie d'autant plus le liquide. Le collage des particules du lit de poudre sur les surfaces verticales, induit par les forces capillaires sur l'alliage fluide, masque la rugosité naturelle provenant du balayage pour les murs M3 et M5. Ces observations restent valables pour la Figure 4.19. Le profil dentelé de M1 ne caractérise pas le collage de particule mais bien la stratégie de balayage. Le motif se répète environ tous les $120\text{ }\mu\text{m}$, ce qui correspond à un cycle de quatre couches, toutes fabriquées avec un sens de balayage différent. Pour chaque couche de même parité, le laser balaye la surface selon la même direction (mais avec un sens opposé). En tout état de cause, les deux trajectoires devraient se superposer. En réalité, probablement du fait d'incertitudes numériques lors du tranchage de l'objet CAO et du calcul des trajectoires, celles-ci ne sont pas superposées. Le logiciel de prévisualisation des trajectoires permet d'observer ce décalage. La superposition ne se fait que pour des couches de même parité balayées dans le même sens, soit une couche sur quatre (Figure 4.20). Autrement dit, il y a trois couches qui séparent deux couches de trajectoires superposées. Ce décalage de trajectoire transparaît sur le contour des murs avec une intensité d'environ $50\text{ }\mu\text{m}$.

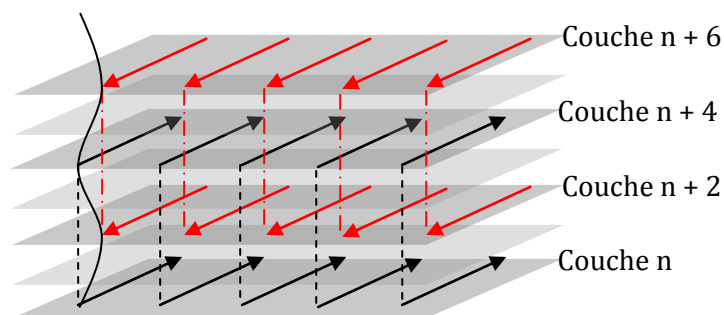
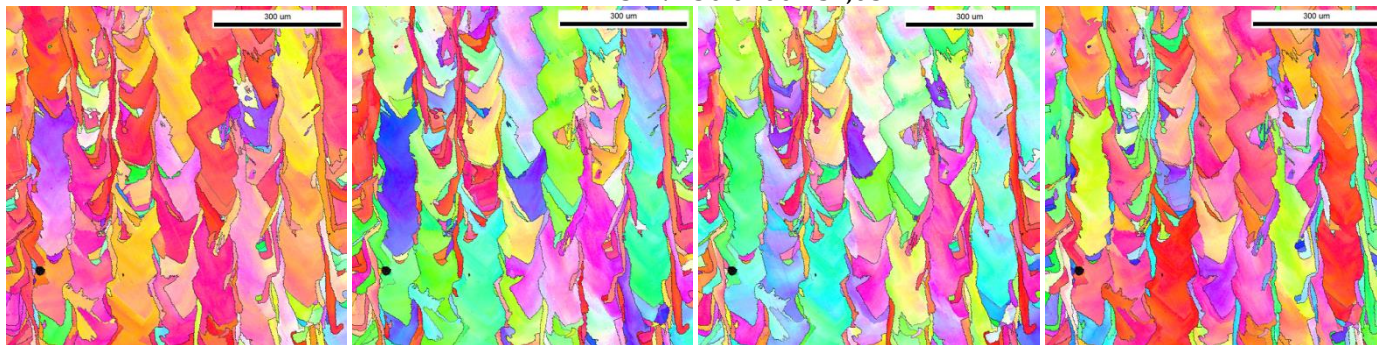


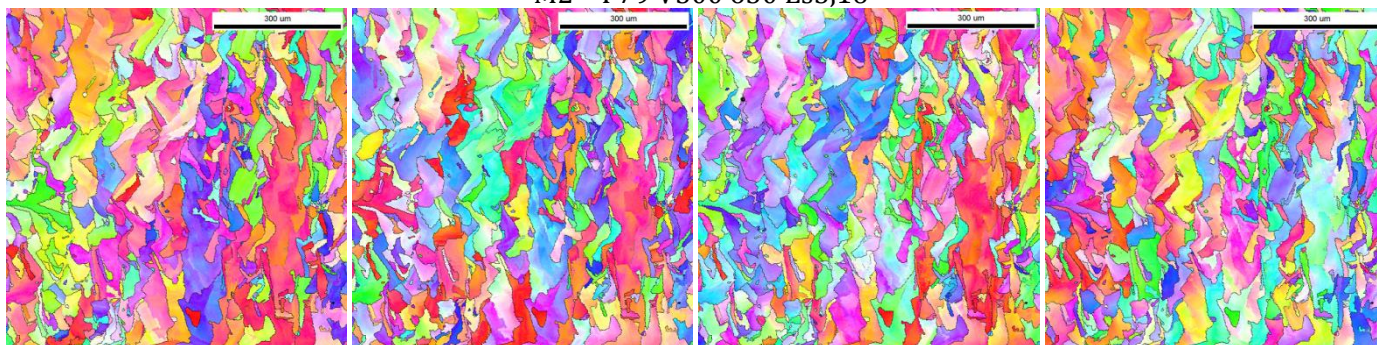
Figure 4.20 – Représentation schématisée de l'écart de superposition des trajectoires observé pour des couches de même parité. Ce décalage successif produit des surfaces dentelées.

Ce décalage transparaît même dans la microstructure de l'alliage solidifié. En effet, les grains observés au cœur de l'alliage pour M1, et dans une certaine mesure M2 et M4 (Figure 4.21), montrent ce profil dentelé avec une périodicité proche de celle observée sur le contour de M1.

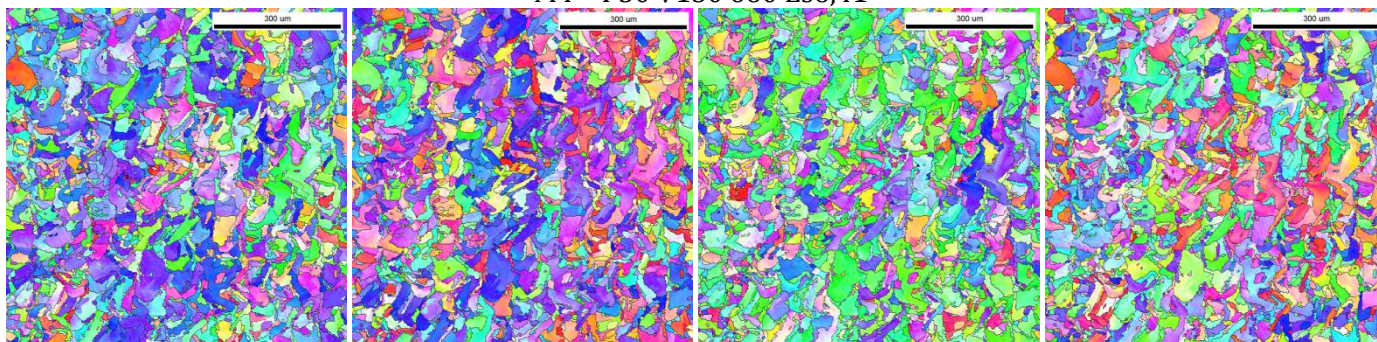
M1 – P154 V750 8100 Es2,05



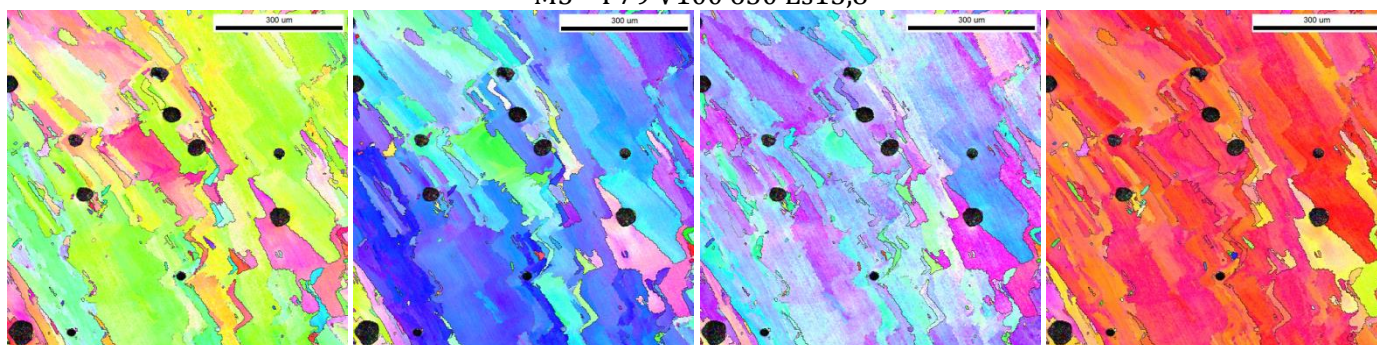
M2 – P79 V500 850 Es3,16



M4 – P50 V130 860 Es6,41



M5 – P79 V100 850 Es15,8



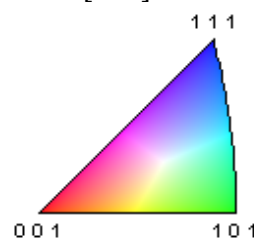
[001]

[010]

[100]

[110]

Figure 4.21 – Cartographie des murs prises au cœur de l'alliage. De gauche à droite, l'indexation des couleurs se fait par rapport aux directions [001], [010], [100] et [110] du repère de l'échantillon. Toutes les figures sont à la même échelle, et la barre représente 300 µm.



La Figure 4.21 présente les cartographies *EBSD* effectuées au cœur des quatre murs. Les désorientations comprises entre 15° et 70° sont matérialisées en noir et celles comprises entre 10° et 15° en gris. Les joints de macles sont représentés en bleu ou en rouge suivant la couleur dominante de la cartographie, mais leur présence est très faible dans l'alliage élaboré par fusion laser. Le sens de fabrication est orienté vers le haut comme pour la Figure 4.19.

L'observation des cartographies au cœur des murs montre pour M1 une microstructure fortement texturée dans la direction de fabrication c'est-à-dire avec la direction du gradient thermique macroscopique principal. Du fait de leur forme, les grains croissent par épitaxie et la « base » de chaque nouveau grain est convexe et caractérise la fusion. Parfois, cette croissance épitaxique semble être interrompue pour donner naissance à un nouveau grain fortement désorienté. La structure réelle est tridimensionnelle et cette interruption de croissance visible sur une coupe n'empêche pas le grain de continuer à croître dans un plan différent. Si sur la cartographie les grains font $300\ \mu\text{m}$ en moyenne et peuvent atteindre $750\ \mu\text{m}$, il n'est pas impossible qu'ils soient en fait plus longs en croissant en dehors du plan d'observation. Les grains font environ $100\ \mu\text{m}$ de large, ce qui est la taille de l'écart-vecteur utilisé pour ce jeu de paramètres. La détection de grains fins et longs au niveau des « joints de cordons », c'est à dire de l'interface entre deux cordons, suggère encore que la croissance des grains ne se fait pas de manière parfaitement rectiligne. En effet, certains grains longs peuvent apparaître comme des grains interfaciaux du fait de la coupe.

De manière générale, un même grain possède des nuances de couleur. Cela indique une désorientation interne faible mais progressive. Enfin, il est possible de voir des petits grains dont la couleur peut être différente des grains voisins sur certaines des quatre cartographies. Ces nouveaux grains ont germé, probablement des suites d'une hétérogénéité locale, et ont tenté de croître mais ils n'étaient pas suffisamment bien orientés pour se développer.

La dominance de couleur rouge sur la première et la dernière cartographie indique que la direction normale à l'échantillon et la direction $[110]$ dans le plan de l'échantillon sont alignées avec les directions cristallines $\langle 001 \rangle$

Pour M2, les grains sont toujours sensiblement allongés dans la direction de fabrication et leur longueur est réduite, elle plafonne à $300\ \mu\text{m}$ pour une taille moyenne d'environ $100\ \mu\text{m}$. La largeur caractéristique est comprise entre $50\ \mu\text{m}$ et $80\ \mu\text{m}$ soit un peu plus que l'écart-vecteur. Malgré des grains plus petits, l'aspect oscillant de la microstructure dû au balayage est conservé.

La croissance épitaxique semble toujours exister mais elle est toutefois beaucoup plus limitée que dans le cas précédent. Certains grains présentent encore une désorientation interne continue. En outre, la cartographie ne montre plus l'existence de grains de joint de cordon appuyant un peu plus la limitation de l'épitaxie.

La faible dominance de couleur sur les différentes cartographies rend difficile l'attribution d'une texture cristallographique.

Pour M4, la taille des grains est sérieusement réduite ainsi que leur aspect colonnaire mais l'arrangement dentelé reste présent. La microstructure est plutôt équiaxe même si certains grains peuvent encore présenter un allongement dans la direction de fabrication. La taille moyenne des grains est d'environ $50\ \mu\text{m}$ avec un écart-type de $25\ \mu\text{m}$.

L'accroissement de l'apport d'énergie dans la fabrication des murs induirait des mouvements de convection du bain liquide plus importants. Ces mouvements casseraient la croissance par épitaxie. Comme la solidification de l'alliage est rapide et moins dirigée macroscopiquement, elle aboutit à une microstructure moins orientée, c'est-à-dire plus équiaxe.

Là encore, la faible dominance de couleur sur les différentes cartographies rend difficile l'attribution d'une texture cristallographique.

Avec une énergie surfacique double, associée à une densité d'énergie plus importante, la microstructure est significativement changée. En effet, l'aspect général oscillant de la

microstructure semble s'orienter différemment pour M5 ; le contour des grains n'est pas lisse. La formation de cavité dans l'alliage s'accompagne de la formation de grain de taille importante au cœur du matériau pouvant faire plus de 600 μm de long pour 400 μm de large sur cette cartographie. Les grains présentent aussi une variation interne de couleur importante, délimitant alors des sous joints de grains. Ces sous joints de grains possèdent une désorientation inférieure à 10° et leur contour est oscillant comme celui des gros grains. La croissance par épitaxie est revenue et les grains redeviennent allongés. Simplement, au lieu d'être alignés avec le gradient thermique macroscopique, ils semblent allongés dans la direction $[110]$ dans le repère de l'échantillon. Cette orientation est curieuse dans la mesure où elle ne suit ni le gradient thermique macroscopique, ni le gradient thermique microscopique. À chaque couche consolidée, l'alliage en fusion voit un gradient thermique vertical du fait du pompage thermique par le substrat, mais il voit aussi un gradient horizontal induit par la zone fondue qui a refroidi. Le sens de ce gradient, ainsi que le sens du gradient total, change à chaque nouvelle couche du fait du sens de balayage différent. Cette alternance ne devrait pas favoriser une croissance oblique selon $[110]$.

La prédominance du bleu pour la cartographie indexée par rapport à $[010]$ et du rouge pour $[110]$ indique un alignement des directions cristallines $\langle 111 \rangle$ avec la direction transverse et de $\langle 100 \rangle$ avec la direction $[110]$ de l'échantillon. Dans ce cas, les directions cristallines $\langle 110 \rangle$ sont orientées dans la même direction que les grains.

Enfin, la microstructure du cœur du matériau est différente de la microstructure en bas du mur. Cette dernière est encore différente de la microstructure au niveau du contact avec le substrat qui présente une épitaxie avec des grains alignés selon $[100]$ sur les 200 premiers microns.

Les figures de pôle inverse relatives aux différents murs et directions d'observation permettent d'approfondir la réflexion sur les orientations cristallines. Elles sont données sur la Figure 4.22. L'échelle des couleurs donne l'intensité de la texturation.

Pour M1, les figures de pôle inverse $[001]$ et $[110]$ indiquent un alignement préférentiel de ces directions avec $\langle 001 \rangle$ ce qui confirme le résultat obtenu avec les cartographies. Le matériau possède donc une microstructure basaltique pour laquelle les directions cristallines $\langle 001 \rangle$ sont fortement alignées avec la normale à l'échantillon et avec la direction oblique $\langle 110 \rangle$.

Les figures de pôle inverse du mur M2 montrent un comportement cristallographique sensiblement similaire malgré une microstructure différente.

Pour M4, la direction $[110]$ n'est plus remarquable et les directions cristallines $\langle 101 \rangle$ sont alignées avec la direction de fabrication tandis que les directions transverses et normales sont alignées avec le grand axe de la maille cubique. L'arrangement cristallographique est sensiblement modifié.

Enfin, pour M5, la direction $[110]$ redevient remarquable car alignée avec les directions $\langle 001 \rangle$. À cet égard, ce mur est similaire à M1 et M2.

Ainsi, l'accroissement de l'énergie surfacique induit une modification de la microstructure à la fois au niveau de la croissance des grains et de l'orientation des dendrites de l'alliage base nickel. Lors du refroidissement depuis l'état liquide, les dendrites croissent suivant la direction $\langle 100 \rangle$ en s'alignant avec le gradient thermique.

Pour une faible énergie surfacique les grains croissent par épitaxie tandis que la direction $\langle 100 \rangle$ de la maille du nickel est préférentiellement alignée avec la direction oblique $[110]$ ou $[1\bar{1}0]$.

Dans l'absolu, la croissance par épitaxie ne se fait qu'à partir des grains convenablement orientés initialement. Ceux qui ne respectent pas cette condition ne croissent pas. À mesure que l'énergie surfacique croît, il y a une modification de cette orientation préférentielle au profit de l'alignement $\langle 101 \rangle$ avec la direction de fabrication et de $\langle 111 \rangle$ avec $[001]$ et $[010]$. Les directions $[110]$ et $[101]$ ne présentent pas de texturation particulière.

Lorsque l'énergie surfacique est très importante, la microstructure présente de nouveau des grains allongés et des directions $[110]$ et $[1\bar{1}0]$ alignées avec $\langle 001 \rangle$. Les grains sont alors alignés dans la direction du gradient thermique principal, qui est maintenant oblique.

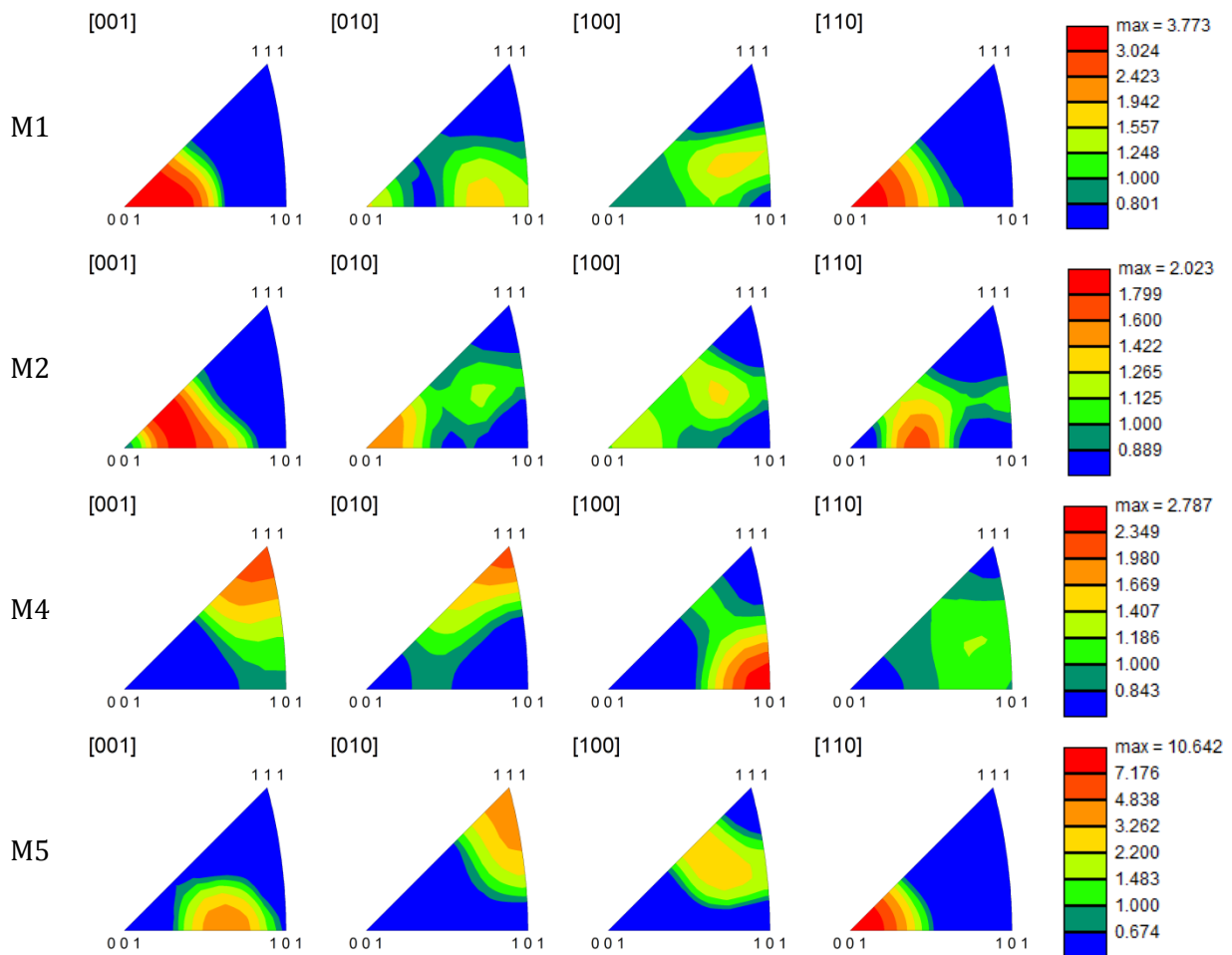


Figure 4.22 – Figures de pôle inverse correspondant aux cartographies des quatre murs prises au cœur de l'alliage pour les directions relatives à l'échantillon $[001]$, $[010]$, $[100]$ et $[110]$.

Pour M1, M2 et M5, les figures de pôles inverses $[110]$ sont identiques aux figures $[1\bar{1}0]$ ³⁵. Les grains croissent par épitaxie tandis que la direction $\langle 100 \rangle$ de la maille du nickel est préférentiellement alignée avec la direction oblique $[110]$ ou $[1\bar{1}0]$. Dans l'absolu, la croissance par épitaxie ne se fait qu'à partir des grains convenablement orientés initialement. Ceux qui ne respectent pas cette condition ne croissent pas. Il peut être rappelé que l'axe transverse $[010]$, correspond au balayage qui présente la course de cordon la plus longue (1 cm). La course la plus courte, de 2 mm, est effectuée selon l'axe normal. En d'autres termes, la structure cristalline de l'alliage s'arrange, ou est arrangée, pour être correctement orientée vis-à-vis du gradient thermique oblique induit par le passage du laser selon sa course la plus grande, afin de croître pour les deux sens de balayage selon cette direction. C'est ce qu'indique aussi la Figure 4.23.

La course la plus courte, de 2 mm, est effectuée selon l'axe normal. Les figures de pôles inverses $[101]$ de la Figure 4.24, identiques pour chaque mur à celle de $[10\bar{1}]$, montrent un alignement préférentiel de ces directions avec les directions cristallines $\langle 111 \rangle$. Ceci confirme que c'est la direction de balayage la plus longue qui impose au matériau son orientation cristalline vis-à-vis du cyclage thermique.

Si cette explication permet de justifier la texturation cristallographique des murs M1, M2 et M5, il reste difficile d'expliquer la raison pour laquelle les grains de M5 sont orientés

³⁵ Ces figures de pôle inverse ne sont pas représentées.

exclusivement vers $[110]$. Un élément de réponse pourrait résider dans la texturation cristalline très forte $\langle 001 \rangle$ selon $[110]$ (indice de texturation supérieur 10) qui pousse les grains à croître dans cette direction. Mais il reste alors à expliquer pourquoi cette direction cristalline est privilégiée selon $[110]$ malgré le changement périodique du gradient thermique.

Il n'est toutefois pas à exclure la possibilité d'une orientation $[1\bar{1}0]$ ailleurs dans l'alliage, mais la révélation de la structure de grain par attaque chimique est rendue difficile du fait de la structure des cordons.

En définitive, l'énergie surfacique semble commander la texturation des grains en favorisant ou en cassant la croissance par épitaxie. Elle influence aussi la texturation cristalline, mais cet effet peut n'être simplement qu'une conséquence de la perte de l'épitaxie. En effet, si la croissance par épitaxie est cassée et les mouvements de convection importants, comme dans le cas de M4, il n'est plus nécessaire que le matériau s'accommode d'une orientation cristalline favorable au passage du laser selon la grande dimension. L'orientation cristalline est singulièrement modifiée. La Figure 4.25 représente l'arrangement préférentiel de la maille cristalline pour les quatre murs dans le plan d'observation de l'échantillon.

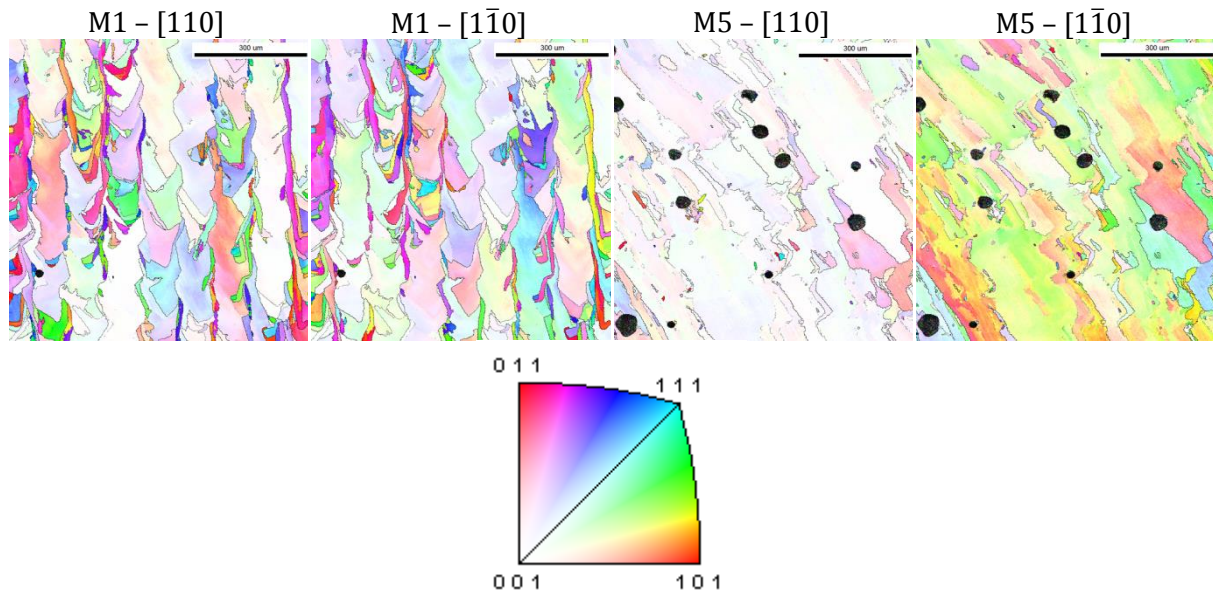


Figure 4.23 – Cartographie des murs 1 et 5 avec la figure de pôle inverse colorée indiquant les axes parallèles à $[110]$ et $[1-10]$. Les grains blancs ou de couleur très claire sur les deux figures sont les grains dont les directions cristallines $\langle 001 \rangle$ sont alignés à la fois selon $[110]$ et $[1-10]$. Toutes les figures sont à la même échelle, et la barre représente $300 \mu\text{m}$.

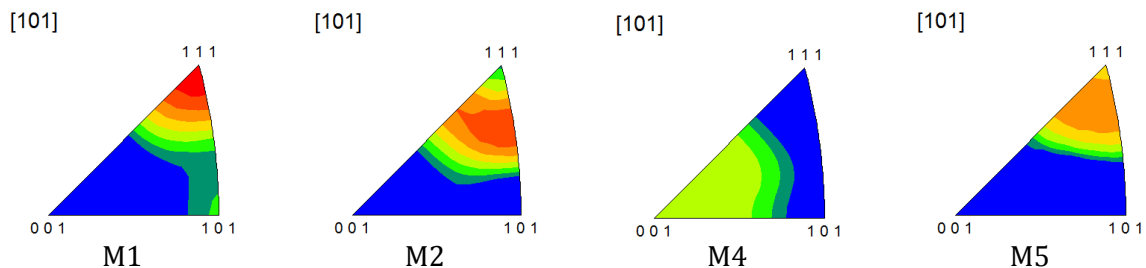


Figure 4.24 – Figures de pôle inverse $[101]$ pour les quatre murs étudiés. Les figures de pôle inverse $[10-1]$ sont identiques à celles-ci.

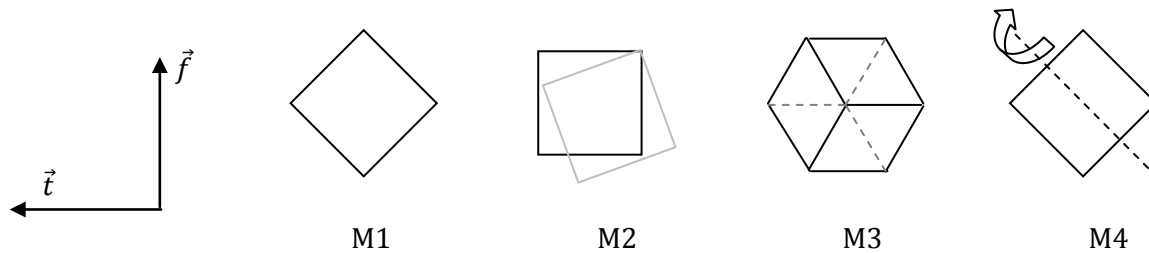


Figure 4.25 – Représentation schématique de l'arrangement préférentiel de la maille cristalline de nickel pour les quatre murs dans le plan d'observation de l'échantillon.

Dinda et coll. [DIN12] étudient l'orientation cristalline et la texture de grains dans des dépôts DMD en Inconel 718. Chaque couche des murs construits est constituée d'un seul cordon. La superposition des cordons peut se faire avec un sens de balayage constant ou avec un sens de balayage alterné à chaque nouvelle couche. Il faut insister sur le fait que les murs de l'étude DMD ne présentent pas de balayage transverse. En ordre de grandeur, les cordons DMD sont dix à vingt fois plus larges et plus hauts que les cordons SLM. Les cartographies EBSD de l'article, données dans la Figure 4.26, sont présentées dans un plan longitudinal. Il s'agit du même type de plan d'observation que celui utilisé précédemment. Le repère de l'échantillon n'est pas modifié et les figures présentées peuvent être directement comparées à celles placées plus haut.

Cet article montre que pour une construction avec une direction de balayage alternée à chaque couche, les directions cristallines $\langle 001 \rangle$ sont alignés avec $[110]$ et $[1\bar{1}0]$. Ainsi l'orientation cristalline des dépôts DMD alternés est sensiblement identique à celle des murs SLM présentés précédemment, hormis M3. Ceci semble confirmer que le balayage transverse sur la largeur pendant le procédé SLM influence très peu la texturation cristallographique. En revanche, ce balayage transverse modifie l'aspect des grains. En effet, les grains DMD sont en forme de zigzag et tendent à s'élargir avec la hauteur de construction. Lors d'un balayage, la croissance d'un grain est alignée avec $[110]$ et lors du balayage suivant le grain est aligné avec $[1\bar{1}0]$. Ainsi, entre deux couches successives les joints de grains présentent un angle de 90° . Le balayage transverse du procédé SLM efface ces angles droits et favorise un joint ondulé lorsque les trajectoires des couches de même parité ne sont pas superposées.

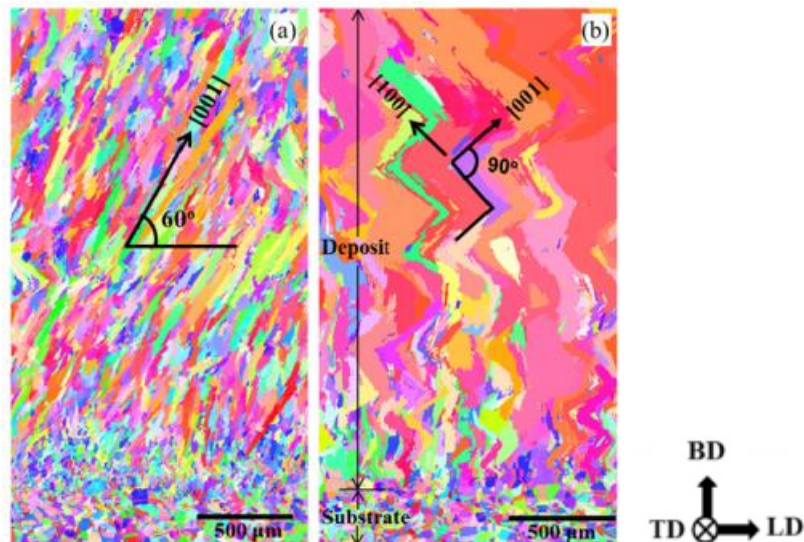


Figure 4.26 – Cartographie EBSD longitudinale d'un mur élaboré par DMD d'après [DIN12]. L'index des couleurs est identique aux cartographies précédentes mais la direction relative à l'indexation n'est pas précisée clairement. (a) sens de balayage constant et (b) sens de balayage alterné.

Enfin, la Figure 4.27 trace sur les cartographies EBSD les désorientations comprises entre 2° et 15° . Ainsi, les lignes noires ne représentent plus les joints de grains de désorientation

supérieure à 15° , mais celles inférieures. L'occurrence croissante de ces désorientations avec l'énergie surfacique, matérialisée par une multiplication des lignes noires ou du *bruit*, traduit une densité de dislocations croissante. L'augmentation de la densité de dislocations peut s'expliquer par les déformations plastiques que subissent le matériau et qui sont d'autant plus importantes que l'énergie apportée est grande.

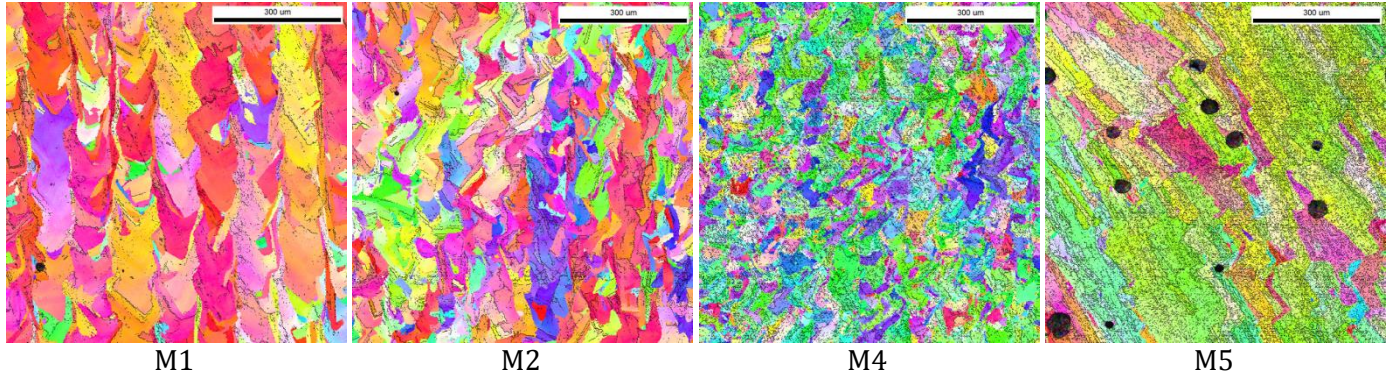


Figure 4.27 – Cartographie des murs M1, M2, M4 et M5 prises au cœur de l'alliage et sur lesquelles sont représentées en noir les désorientations comprises entre 2° et 15° , qui forment une sorte du bruit de fond.

4.3.6. Mesures de dureté

La Figure 4.28 donne les résultats des mesures de dureté effectuées avec une masse de 200 g sur l'alliage brut de fonderie, c'est-à-dire sur le substrat, et sur les murs 1, 2, 4 et 5. La taille de l'empreinte est d'environ $35\ \mu\text{m}$.

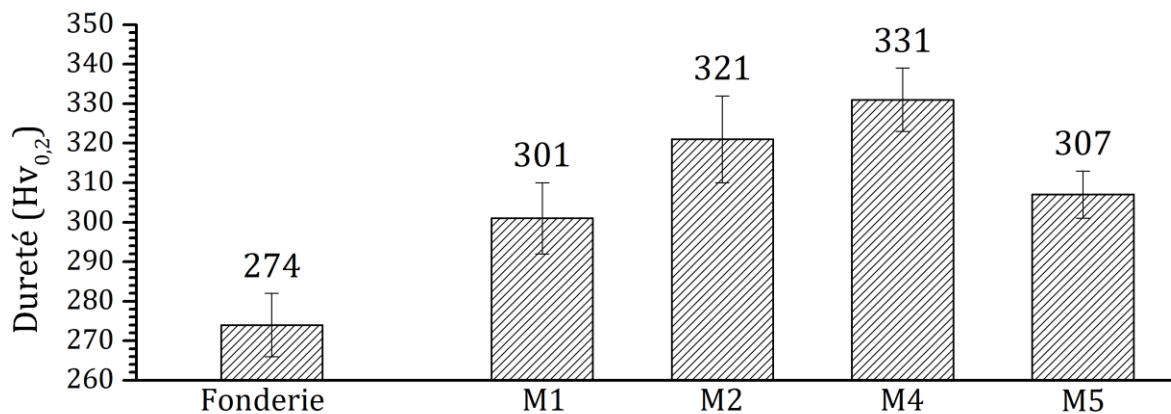


Figure 4.28 – Résultats des mesures de dureté effectuées sur les murs M1, M2, M3 et M4 et sur l'alliage brut de fonderie servant de substrat. Pour M5, les résultats proviennent de mesures effectuées loin des cavités. Une masse de 200 g a été appliquée pour l'indentation, avec un temps de pose de dix secondes et une vitesse d'indentation correspondant à la norme en vigueur. La taille de l'empreinte est proche de $35\ \mu\text{m}$.

La dureté des alliages élaborés par fusion laser est sensiblement supérieure à la dureté de l'alliage de fonderie. La différence de dureté est attribuée à une densité de dislocations supérieure dans les murs, et vraisemblablement à un effet de taille de grain.

L'augmentation de dureté entre les murs M1, M2 et M4 est plutôt expliquée par la taille de grain. Plus celle-ci est fine et plus la dureté est importante.

La dureté des murs M1 et M5 est relativement similaire du fait d'une taille de grain relativement importante par rapport à la taille de l'empreinte pour les deux alliages. Toutefois, la densité de dislocation est supérieure pour le mur M5, ce qui expliquerait le gain de dureté en supposant que l'écart observé soit réellement significatif.

Ces mesures sont en bon accord avec celles de Cooper et coll. [COO13] qui mesurent une dureté de $315 \pm 20 \text{ Hv}_{0,3}$ sur leurs échantillons fabriqués par *SLM* et celle de Ganesh et coll. [GAN10] qui mesurent une dureté comprise entre $275 \text{ Hv}_{0,1}$ et $325 \text{ Hv}_{0,1}$ sur des échantillons produits par *DMD*.

4.3.7. Propriétés mécaniques en traction

Des essais de traction uniaxiale ont été effectués sur des éprouvettes cylindriques dont le diamètre utile est de 4 mm pour une longueur de référence de 20 mm. Ces éprouvettes ont été usinées dans des barreaux cylindriques de 1 cm de diamètre élaborés avec la machine Phénix. Comme l'indique la Figure 4.29, trois orientations de construction ont été étudiées : une orientation verticale, une orientation horizontale et une orientation intermédiaire, inclinée à 45° . Les essais sont effectués à température ambiante avec une vitesse de déformation fixée à 10^{-3} s^{-1} . Comme dans l'ensemble du chapitre, les éprouvettes n'ont pas subi de traitement thermique.

Au niveau des paramètres de fabrication, seuls les paramètres M1 ont été utilisés pour construire des éprouvettes selon les trois orientations. Les paramètres M2 ont été testés avec des éprouvettes verticales. Les paramètres M4 n'ont pas été testés du fait de contraintes temporelles et la forte porosité des murs M3 et M5 ne justifiait pas une attention particulière sur les propriétés mécaniques associées.

Yadroitsev et coll. [YAD07][YAD09] rapportent des résultats de traction avec des éprouvettes fabriquées sur leur propre machine Phénix PM100. Le dispositif laser est différent bien qu'aussi fabriqué par *IPG Photonics* et la structure des grains n'est pas présentée. En outre, les éprouvettes testées sont fabriquées avec une stratégie de balayage différente consistant à fondre la surface du lit de poudre une première fois avec un écart vecteur important puis à repasser entre les cordons. Il n'est pas précisé si les tests correspondent à des éprouvettes plates ou cylindriques. Ainsi, leurs résultats seront difficilement utilisables pour extrapoler le comportement de l'alliage avec l'énergie surfacique, mais ils permettront de comparer les performances des matériaux.

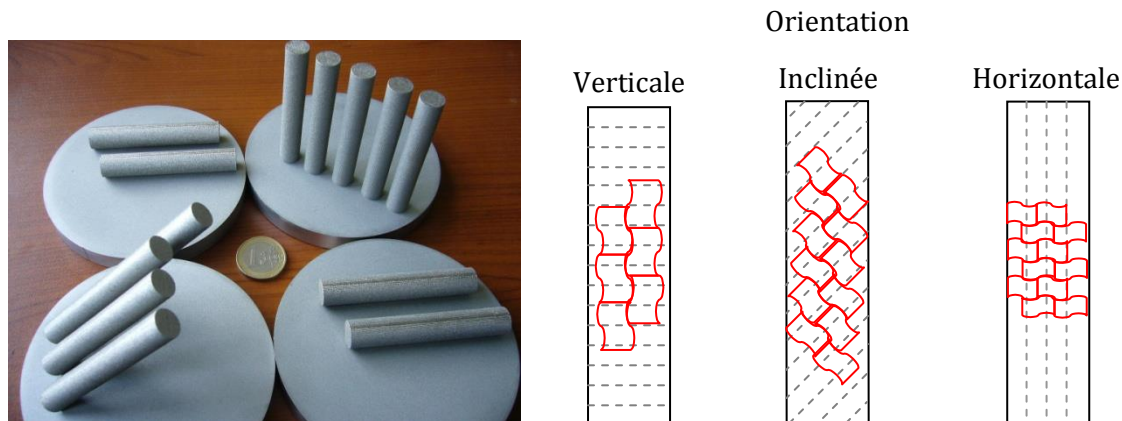


Figure 4.29 - Photographie des éprouvettes de traction après construction et représentation de l'arrangement des couches (en pointillé) et des grains (en traits continus) au sein des éprouvettes pendant l'essai de traction.

Il peut être signalé le fait que les différentes couches formant les éprouvettes verticales se présentent sous la forme d'un disque. À ce titre, la géométrie ne présente pas de direction longue, et les orientations cristallines déterminées par l'intermédiaire des murs peuvent ne plus être valables. La géométrie inclinée à 45° présente des couches sous forme d'ellipse. Il y a donc globalement une direction longue qui pourrait induire une cristallisation préférentielle, mais l'anisotropie de l'ellipse reste toutefois assez faible pour conclure sur l'occurrence dans les

éprouvettes de la texturation observée sur les murs. Enfin, les éprouvettes horizontales présentent une section rectangulaire pendant la fabrication manifestant clairement une direction longue. Cela indiquerait une texturation cristallographique dans les éprouvettes horizontales similaires à celle des murs.

La Figure 4.30 présente les courbes de traction nominale et vraie et le Tableau 4.5 donne les valeurs remarquables.

Dans un premier temps, il est à noter que les paramètres de fabrication M2 aboutissent à un matériau en tout point moins bon que l'alliage produit par M1 : le module de Young est significativement plus faible, de même que la limite d'élasticité, la contrainte à rupture et l'allongement à rupture. L'observation du faciès de rupture d'une éprouvette M2 indique un matériau semi-ductile. En effet, la Figure 4.31 présente à la fois des surfaces lisses aux bords anguleux, traduisant un comportement fragile et des cupules de tailles différentes, dont certaines sont caractéristiques de la taille des dendrites, traduisant un comportement ductile. En outre, la micrographie du bas indique l'existence de particules non fondues au sein de l'alliage, c'est-à-dire des défauts fragilisant le matériau. L'existence de ces défauts permet en outre d'expliquer la faible valeur du module de Young (114,3 GPa) observée sur ces éprouvettes.

Pour les éprouvettes construites avec les paramètres maximisant le rendement énergétique du faisceau laser (M1), les propriétés mécaniques sont assez similaires quel que soit le sens de fabrication. Le module de Young déterminé pour tous les essais est inférieur à 207,5 GPa qui est le module traditionnellement donné pour cet alliage [SPE06].

Ces valeurs plus faibles du module peuvent être attribuées au fait que la détermination des déformations provenait d'un extensomètre. Cette méthode de mesure est connue pour ne pas refléter correctement la valeur du module élastique. Toutefois, il faut signaler que pour chaque orientation, la mesure du module est particulièrement reproductible ; l'écart-type n'est pas supérieur à 3 GPa. Ainsi, l'écart observé entre les trois sens de fabrication est significatif. Il pourrait traduire une texturation cristalline ou la texturation de grain au sein de l'éprouvette.

De manière générale, la contrainte maximale à rupture est supérieure à 990 MPa dans la représentation nominale et supérieure à 1250 MPa dans la représentation vraie.

Il est à remarquer que dans l'ensemble, les courbes des paramètres M1 sont presque superposées malgré l'anisotropie de microstructure et de texture, même si les éprouvettes horizontales permettent de gagner quelques MPa pour la contrainte maximale. Le comportement similaire des éprouvettes des différentes orientations est attribué à la densité de dislocations qui se développe de la même manière dans les matériaux. La plus grande résistance à la traction des éprouvettes horizontales est attribuée au motif classique qui veut que la fabrication additive présente une fragilité au niveau de la liaison entre couches. Contrairement aux éprouvettes verticales et inclinées, la traction des éprouvettes horizontales ne sollicite pas la liaison entre couches.

L'observation du faciès de rupture des éprouvettes construites avec les paramètres P154_V750_δ100 et pour les trois orientations différentes indique (Figure 4.32), pour toutes, l'existence d'une double population de cupules ; une population dont la taille est comprise entre 10 µm et 30 µm et une population submicronique traduisant la fine échelle des dendrites. L'éprouvette horizontale présente aussi l'existence de cupules de 100 µm de large. De manière générale la surface traduit clairement un comportement ductile. Malgré cela, il existe quelques zones très locales qui présenteraient un aspect plus fragile avec des formes anguleuses, laissant penser à une rupture intergranulaire locale. Parfois, une particule non fondue isolée peut être observée.

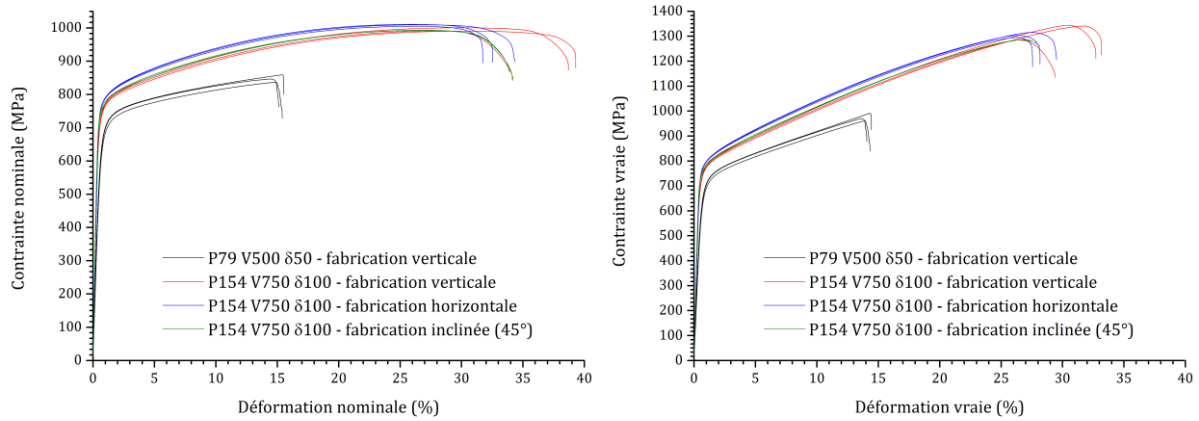


Figure 4.30 – Courbes de traction nominale et de traction vraie pour les éprouvettes fabriquées avec les paramètres de M1 (P154_V750_8100) et de M2 (P79_V500_850) et pour les différents sens de fabrication.

Paramètres	E (GPa)	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	$\epsilon(Rm)$ (%)	A% (%)	$\sigma(A\%)$ (MPa)
M2 – Ver	114,3	648	847	14,8	15,3	763,5
M1 – Ver	183	719,3	994	28,8	36,5	866,3
M1 – Hor	174	759	1010	25,6	32,1	896
M1 – Inc	190	739	992,5	27	34	855,5

Tableau 4.5 – Tableau regroupant les différentes données caractéristiques des essais dans la représentation nominale. E désigne le module de Young, Rp_{0,2} désigne la limite d'élasticité conventionnelle, Rm désigne la contrainte maximale avant rupture, $\epsilon(Rm)$ désigne l'allongement lorsque Rm est atteinte, A% désigne l'allongement à rupture et $\sigma(A\%)$ renseigne la contrainte à rupture.

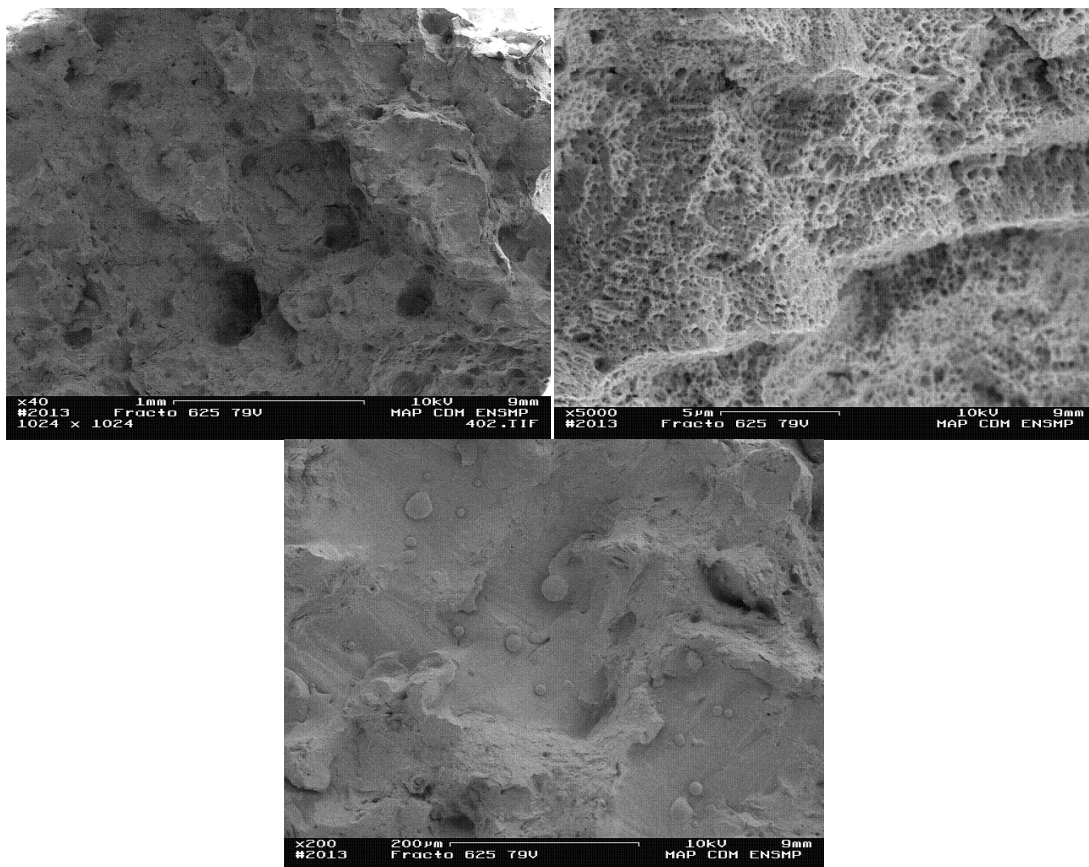


Figure 4.31 – Micrographie électronique du faciès de rupture d'une éprouvette verticale produite avec les paramètres M2 (P79_V500_850).

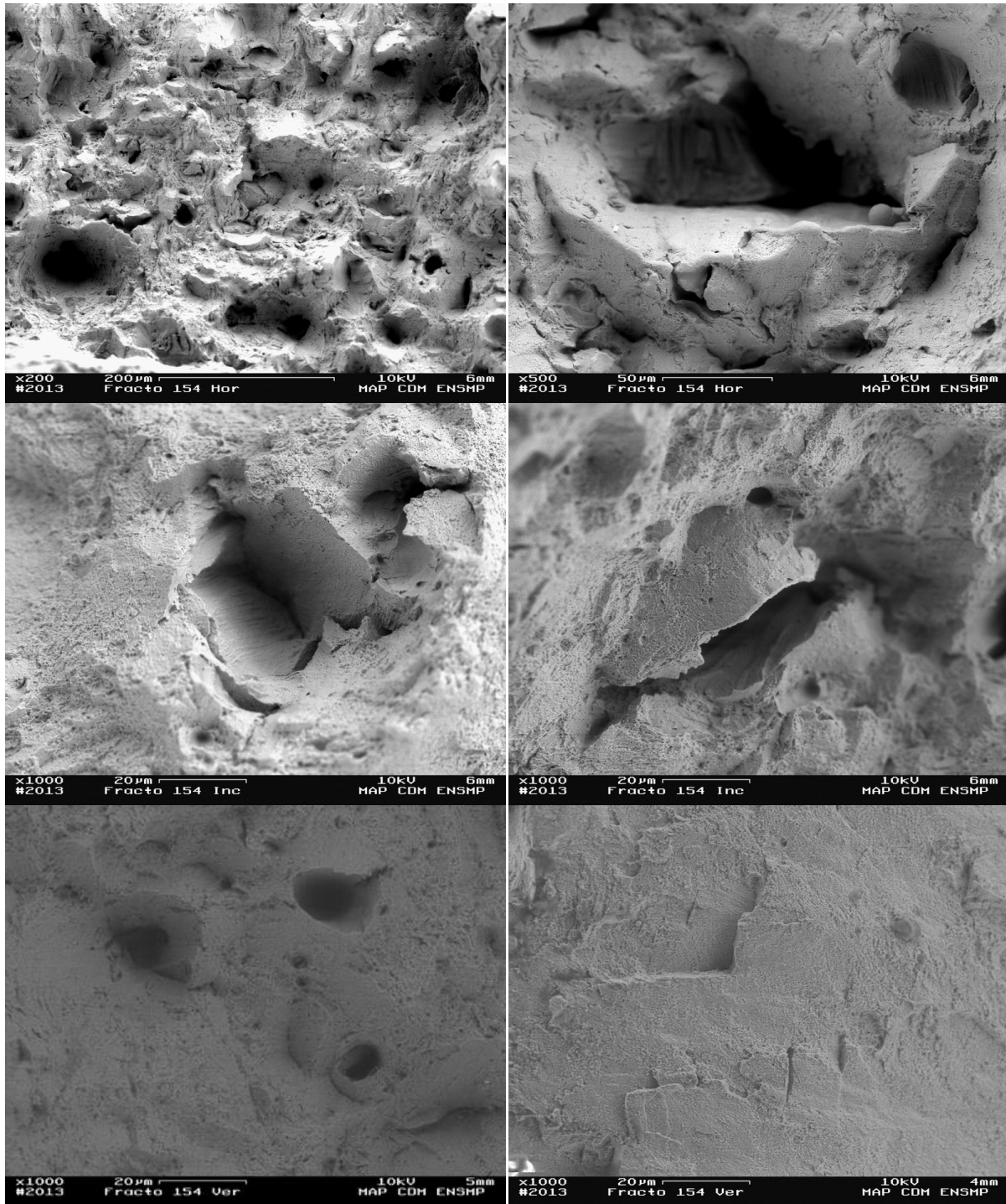


Figure 4.32 – Micrographie électronique du faciès de rupture des éprouvettes produites avec les paramètres M1 (P154_V750_δ100). En haut : deux micrographies pour une éprouvette horizontale, au milieu : deux micrographies pour une éprouvette inclinée et en bas : deux micrographies pour une éprouvette verticale.

La limite élastique de l'alliage élaboré par *SLM* avec les paramètres M1 ou M2 est sensiblement plus importante que celle de l'alliage laminé, forgé, ou simplement traité thermiquement. La valeur la plus haute rapportée par [SPE06] est de 760 MPa. Shankar et coll. [SHA01] rapportent une valeur de 760 MPa après traitement thermique à 650 °C pendant 500 heures d'un alliage remis en solution. Après un service à 600 °C pendant 60 000 heures, la limite d'élasticité monte à 1000 MPa du fait de la présence des phases γ'' et δ . Un traitement thermique de température inférieure ou égale à 600°C pourrait donc augmenter cette valeur, au détriment de l'allongement à rupture.

La contrainte maximale admissible pour l'alliage élaboré par *SLM* avec les paramètres M1 est globalement proche des valeurs classiques pour les autres méthodes de traitements précitées même si inférieures à celles mentionnées par Shankar et coll. [sha01] Là encore, un traitement thermique à 600 °C permettant la précipitation de la phase γ'' pourrait augmenter la contrainte maximale. Celle obtenue avec les paramètres M2 appartient plutôt à la fourchette basse des valeurs classiques, voire est en dessous.

Au niveau de l'allongement à rupture, les méthodes classiques d'élaboration et les traitements thermiques usuels permettent d'atteindre une déformation comprise entre 20 % et 60 %. Si les paramètres M1 s'en sortent bien avec un allongement à rupture supérieur à 32 %, les paramètres M2 n'atteignent qu'une déformation moitié moindre. La précipitation dans l'alliage étant estimée faible, il est peu probable qu'un traitement thermique de remise en solution permette d'accroître l'allongement à rupture pour cette seule raison. Seule la réduction de la densité de dislocations au sein de l'alliage semble être une méthode viable pour augmenter sensiblement la ductilité. Il se pose alors la question de la maîtrise de la taille de grain et de la conservation de la structure basaltique.

Yadroitsev et coll. [YAD07][YAD09] rapportent un module de Young de 204 GPa pour des éprouvettes fabriquées horizontalement et de 141 GPa pour des éprouvettes verticales. Ils attribuent la faible valeur du module de Young aux défauts contenus dans l'alliage du fait de l'accumulation de contraintes thermiques. Ces dernières sont plus importantes dans les éprouvettes verticales car elles contiennent plus de couches. De manière générale, les valeurs qu'ils obtiennent pour la limite élastique et la contrainte maximale sont supérieures d'environ 60 MPa aux valeurs obtenues avec les éprouvettes de cette étude. Toutefois, l'allongement à rupture ne semble pas dépasser 10 % pour leurs essais.

L'intérêt de l'étude de l'Inconel 625 au sein du projet Merlin réside avant tout dans la réalisation de nouvelles structures de blindage servant à la rétention d'aubes de turbines, frangibles en cas de survitesse. Il s'agit avant tout d'utiliser la capacité du procédé de fusion sélective de produire des pièces de géométrie complexe afin de produire des structures idéalement plus légères pour une capacité de rétention sensiblement identique.

L'alliage produit par fusion sélective est un alliage de structure dendritique présentant uniquement des bras primaires espacés d'environ 550 nm ce qui traduit une vitesse de solidification importante proche de 10^6 K/s. De ce fait l'alliage présente peu de secondes phases si ce n'est peut-être de fins carbures de niobium sphériques d'environ 100 nm. Certaines microstructures montrent une cavitation importante liée à la densité de puissance employée lors de leur élaboration. La densité de puissance peut être assimilée, en première approximation, à l'énergie linéique. Pour le mur produit à 16 MJ/m^2 , l'énergie linéique est égale à 790 J/m , tandis que les paramètres du mur produit à $4,8 \text{ MJ/m}^2$ développent une énergie linéique de 480 J/m . Malgré l'énergie surfacique intermédiaire de $4,8 \text{ MJ/m}^2$, les deux murs présentent des cavités importantes en taille et en nombre. La formation de ces cavités est justement liée à la trop grande densité de puissance ; l'énergie linéique des autres murs ne dépasse pas 400 MJ/m^2 . Ce phénomène de cavitation qui n'a pas été observée pour ces paramètres pendant l'étude paramétrique tend à mettre en exergue que l'étude à deux dimensions ne permet pas de prendre en compte tous les effets thermiques, en particulier ceux à long terme. La recherche de paramètres opératoires adéquats pour la production de pièces saines, qui peut passer par une minimisation de l'énergie surfacique, doit nécessairement prendre en compte une limitation de l'énergie linéique.

Les cartographies EBSD permettent d'observer clairement la texture des grains. Pour 2 MJ/m^2 et 3 MJ/m^2 ceux-ci sont préférentiellement allongés dans le sens de la direction de fabrication verticale. Les grains croissent par épitaxie et semblent s'entrecroiser. Cet effet est surtout marqué pour la plus faible énergie surfacique. Le contour des grains n'est pas droit, ou vertical, mais ondulé. Ceci est le fruit d'une mauvaise superposition des cordons de fusion pour deux couches successives de même parité. Cet aspect ondulé de la texture des grains est aussi observé pour 7 MJ/m^2 . Toutefois, la croissance des grains par épitaxie n'a plus lieu. La transition, déjà visible pour 3 MJ/m^2 , est attribuée à des mouvements de convection dans l'alliage liquide trop importants. Pour 16 MJ/m^2 , l'aspect ondulé des joints de grains semble toujours présent et la croissance par épitaxie est revenue. Cependant les grains ne croissent plus verticalement mais de manière oblique. Le retour de la croissance épitaxique et son alignement particulier sont attribués à la densité de puissance importante qui permet de refondre l'alliage sur une plus grande profondeur. Malgré tout, la formation de cette structure n'est pas pleinement comprise.

Les analyses EBSD tendent aussi à montrer une orientation préférentielle de la maille cristalline du nickel. Pendant la solidification, les dendrites croissent selon les directions $\langle 100 \rangle$ du réseau et, dans l'alliage produit par fusion laser, celles-ci sont majoritairement alignées selon la direction oblique formée par la verticale et la direction de balayage la plus longue, c'est-à-dire selon la direction $[110]$. Il semblerait donc que l'anisotropie de géométrie provenant de sa forme allongée produise une anisotropie au niveau de l'arrangement cristallin. Cette anisotropie est formée notamment par la stratégie de balayage. Si les directions de balayage du faisceau laser ne sont plus parallèles aux arrêtes de la section rectangulaire du parallélépipède mais inclinées à 45° , il est probable que l'orientation cristalline soit changée. Toutefois, le gradient thermique principal aligné avec la direction longue de la géométrie existerait toujours et il est alors difficile d'estimer dans quelle mesure l'arrangement du réseau cristallin serait effectivement modifié. Il est attendu que la fabrication de cubes, au lieu de murs, aboutisse à l'observation d'un réseau cubique dont les directions $\langle 100 \rangle$ sont préférentiellement alignés avec la verticale puisqu'il n'existerait pas de gradient thermique horizontal principal. L'orientation cristalline $\langle 100 \rangle$ selon $[110]$ n'est observée que pour une énergie surfacique proche de 2 MJ/m^2 et supérieure à 15 MJ/m^2 . Pour des énergies intermédiaires, comprise entre 3 MJ/m^2 et 7 MJ/m^2 l'orientation cristalline évolue vers une orientation de $\langle 111 \rangle$ vers $[100]$. Ce changement est relié à la perte de la croissance des grains par épitaxie, qui revient pour 15 MJ/m^2 sans que le phénomène soit compris.

La texturation et l'anisotropie de la microstructure et de la géométrie auraient tendance à suggérer le développement d'une anisotropie des propriétés mécaniques. Les résultats des essais de traction montrent une grande variation des propriétés mécaniques avec les paramètres utilisés pour la fabrication des éprouvettes. Les propriétés sont à tout point de vue meilleures dans le cas de la plus faible énergie surfacique : la limite d'élasticité, la contrainte maximale et la ductilité sont plus importantes. Pour ces conditions d'élaboration, les essais de traction ne présentent finalement qu'une faible anisotropie. Dans le cas d'une sollicitation perpendiculaire à la direction de fabrication, la contrainte maximale admissible de 1010 MPa en moyenne est supérieure de 10 MPa à 20 MPa à celle observée pour une sollicitation selon l'axe de fabrication ; ce léger gain de résistance à la traction est contrebalancé par une faible perte de ductilité faisant passer l'allongement à rupture d'environ 36 % à 32 %. La contrainte maximale admissible correspond assez bien à la microstructure de l'alliage, dépourvue de phase fragilisante δ , tandis que la différence dans la limite élastique, en faveur de l'élaboration par fusion laser, est expliquée par la plus grande densité de dislocations au sein de l'alliage. Celle-ci pourrait aussi expliquer pourquoi la ductilité de l'alliage SLM n'est pas plus importante. Des traitements thermiques pourraient être appliqués à l'alliage brut de fabrication afin de réduire l'intensité des contraintes mécaniques d'origine thermique, de réduire la densité de dislocations, ou encore de modifier ses propriétés par l'intermédiaire d'un contrôle de la précipitation. Ces traitements pourraient favoriser plus ou moins fortement une des propriétés précédemment mentionnées. Il n'est pas à exclure le développement d'une anisotropie mécanique plus importante.

Enfin, il aurait été intéressant d'évaluer l'intensité des contraintes internes développées par l'alliage afin de la mettre en lien avec les différents paramètres de fabrication. Ces contraintes internes sont susceptibles, lors de traitement thermique ou d'une utilisation en température, de se libérer et de déformer la pièce. Il convient donc de prendre cette éventualité en compte en utilisant des paramètres opératoires qui limitent le développement des contraintes internes et donc l'intensité de la déformation après traitement thermique. Une autre solution consiste à construire la géométrie de telle sorte que les déformations redressent les zones volontairement courbées.

La mesure de l'intensité des contraintes internes pourrait situer l'intérêt de l'utilisation d'un jeu de paramètres de faible énergie surfacique sur cette problématique.

RÉFÉRENCES

- [ARM94] Neil D. Armstrong, *Containment structure*, U.S. patent 5,513,949, déposé le 27 juillet 1994 et délivré le 7 mai 1996
- [BOR09] Tomasz Borowski et al., Modifying the properties of the Inconel 625 nickel alloy by glow discharge assisted nitriding, *Vacuum* Vol 83, Iss. 12, 1489-1493, (2009)
- [BOW61] G. W. Bowers, Jr. et al, *Foamed aluminum honeycomb rotor rub-in shroud*, U.S. patent 3,126,149, déposé le 8 mai 1961 et délivré le 24 mars 1964
- [CAR09] K. S. Carney et al., Jet Engine fan blade containment using an alternate geometry, *International Journal of Impact Engineering* 36, 720-728, (2009)
- [CHA94] Keh-Minn Chang, Hong-Jen Lai and Jeng-Ying Hwang, Existence of Laves Phase in Nb-Hardened Superalloys, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, E.A. Loria, The Minerals, Metals & Materials Society, (1994)
- [CIE91] M. J. Cieslak, The Welding and Solidification Metallurgy of Alloy 625, *Weld Journal*, vol. 70, p. 49-s, (1991)
- [COO13] D. E. Cooper, N. Blundell, S. Maggs, G. J. Gibbons, Additive layer manufacture of Inconel 625 metal matrix composites, reinforcement material evolution, *Journal of Materials Processing and Technology* 213, 2191-2200, (2013)
- [COS98] Mark W. Costa et al, *Penetration resistant fan casing for turbine engine*, U.S. patent 6,059,524, déposé le 20 avril 1998 et délivré le 9 mai 2000
- [CUR93] Robert C. Curley et al., *Light weight fan blade containment system*, U.S. patent 5,447,411, déposé le 10 juin 1993 et délivré le 5 septembre 1995
- [DHA11] Kumar P. Dharmasena, Response of metallic pyramidal lattice cor sandwich panels to high intensity impulsive loading in air, *International Journal of Impact Engineering* 38, 275-289, (2011)
- [DIN12] G. P. Dinda, A. K. Dasgupta and J. Mazumder, Texture control during laser deposition of nickel-based superalloy, *Scripta Materialia* 67, 503-506, (2012)
- [DUF82] Francis Duflos, Jean-François Stohr, Comparison of the quench rates attained in gas-atomized powders and melt-spun ribbons of Co- and Ni- base superalloys: influence on resulting microstructures, *Journal of Materials Science*, Volume 17 pp. 3641-3652, (1982)
- [EIS91] H. L. Eiselstein and D. J. Tillack, The Invention and definition of Alloy 625, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, E.A. Loria, The Minerals, Metals & Materials Society, (1991)
- [EVA02] Charles R. Evans, *Jet craft fan case containment design*, U.S. patent 6,814,541, déposé le 7 octobre 2002 et délivré le 9 novembre 2004
- [FLO94] Stephen Floreen, Gerhard E. Fuchs and Walter J. Yang, The Metallurgy of Alloy 625, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, E.A. Loria, The Minerals, Metals & Materials Society, (1994)
- [FOR93] James M. Forrester, *Ballistic barrier for turbomachinery blade containment*, U.S. patent 5,403,148, déposé le 7 septembre 1993 et délivré le 4 avril 1995
- [FRE93] A. Frenk and W. Kurz, High speed laser cladding: solidification conditions and microstructure of a cobalt-based alloy, *Materials Science and Engineering*, A173, pp. 339-342, (1993)
- [GAN10] P. Ganesh, R. Kaul, C. P. Paul, Pragya Tiwari, S. K. Rai, R. C. Prasad, L. M. Kukreja, Fatigue and fracture toughness characteristics of laser rapid manufactured Inconel 625 structures, *Materials Science and Engineering A* 527, 7490-7497, (2010)
- [HAY06] N. Haydn and G. Wadley, Multifunctional periodic cellular metals, *Philosophical Transactions of the Royal Society A* 364, 31-68, (2006)
- [HER10] Mathieu Herran, Hervé Chalons, Roland Ortiz, Daniel Nélis, Simulation de la perte généralisée de pales dans un turbomoteur, Poster, septembre 2010, <http://lamcos.insa-lyon.fr/files/posters/pdf/11.pdf>
- [LAU06] Paul D. Launders, *Blade containment structure*, U.S. patent 7,959,405, déposé le 25 avril 2006 et délivré le 14 juin 2011

- [LU87] Thanh-Chi Lu, *Structure superficielle des poudres de superalliages base nickel, et mécanismes intervenant au cours de la densification*, Thèse dirigée par Yves Bienvenu, Spécialité Science et génie des matériaux, École des Mines de Paris, (1987)
- [McM05] Alison J. McMillan, *Ducted fan with containment structure*, U.S. patent 7,503,164 B2, déposé le 16 juin 2005 et délivré le 17 mars 2009
- [MOD98] Mario Modafferi, *Containment system for containing blade burst*, U.S. patent 6,059,523, déposé le 20 avril 1998 et délivré le 9 mai 2000
- [NI13] C. Y. Ni et al, Ballistic resistance of hybrid-cored sandwich plates: Numerical and experimental assesement, *Composites: Part A* 46, 69-79, (2013)
- [PEN94] Allan R. Penda, *Fan blade containment assembly*, U.S. patent 5,482,429, déposé le 29 avril 1994 et délivré le 9 janvier 1996
- [PRA12] Yunan Prawoto, Seeing auxetic materials from the mechanics point of view: À structural review on the negative Poisson's ratio, *Computational Materials Science* 58, 140-153, (2012)
- [RIZ79] A. S. Rizk and D. J. McCulloch, Plasma Nitriding of Inconel 625, *Surface Technology* 9, 303-315, (1979)
- [RIZ80] A. S. Rizk and G. Saad, The effects of ion bombardment on the surface hardening of Inconel 625 in D.C. glow discharges, *Surface Technology* 11, 415-420, (1980)
- [SAT00] Sivasubramaniam K. Sathianathan et al., *Gas turbine engine blade containment assembly*, U.S. patent 6,394,746, déposé le 18 septembre 2000 et délivré le 28 mai 2002
- [SHA01] Vani Shankar, K. Bhanu Sankara Rao, S. L. Mannan, Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy, *Journal of Nuclear Materials* 288, 222-232, (2001)
- [SPE06] Special Metals, Inconel 625 datasheet, (Jan 2006), specialmetals.com
- [STE79] Albert P. Sterman et al, *Metal-ceramic turbin shroud and method of making the same*, U.S. patent 4,289,447, déposé le 12 octobre 1979 et délivré le 15 septembre 1081
- [TOM83] Michael J. Tomich, *Blade containment structure*, U.S. patent 4,534,698, déposé le 25 avril 1983 et délivré le 13 août 1985
- [VAR76] James L. Varnell, *Three dimensional composite structure and method for incorporating fittings*, U.S. patent 4,038,118, déposé le 4 mars 1976 et délivré le 26 juillet 1977
- [VIT04] J.M. Vitek et al., *Alloy development of Nickel-based superalloy weld filler metals using computational thermodynamics*, (2004)
- [WHI00] H.S. Whitesell, L. Li, and R.A. Overfelt, Influence of Solidification Variables on the Dendrite Arm Spacings of Ni-based Superalloys, *Metallurgical and Materials Transactions B*, Vol 31B, pp. 546-551, (June 2000)
- [WOJ02] Czeslaw Wojtyczka et al., *Fan case design with metal foam between kevlar*, U.S. patent 6,652,222, déposé le 3 septembre 2002 et délivré le 25 novembre 2003
- [XU13] Fujia Xu, Yaohui Lv, Yuxin Liu, Fengyuan Shu, Peng He, Binshi Xu, Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Inconel 625 Alloy during Pulsed Plasma Arc Deposition Process, *J. Mater. Sci. Technol.* 29(5), 480-488, (2013)
- [XUA06] Hai-Jun Xuan and Rong-Ren Wu, Aeroengine turbine blade containment tests using high-speed rotor spin testing facility, *Aerospace Science and Technology* 10, 51-58, (2006)
- [YAD07] I. Yadroitsev et al., Strategy of manufacturing components with designed internal structure by selective laser melting of metallic powder, *Applied Surface Science*, 980-983, (2007)
- [YAD09] I. Yadroitsev, M. Pavlov, Ph. Bertrand, I. Smurov, Mechanical properties of samples fabricated by selective laser melting, *14e Assises européennes du prototypage & fabrication rapide*, (24-25 Juin 2009)
- [YUN08] Christian J. Yungwirth et al., Experiment assesement of the ballistic response of composite pyramidal lattice truss structure, *Composites: Part B* 39, 556-569, (2008)
- [YVO08] Pascal Yvon, *La Cogénération*, Atelier Gédépeon , Odeillo 8 et 9 septembre 2008

Le cas 738

5. LE CAS 738	203
5.1. PRÉSENTATION DU MATÉRIAU	203
5.1.1. Composition de l'Inconel 738	203
5.1.2. Description générale de la microstructure de l'Inconel 738	204
5.1.2.1. La phase γ	205
5.1.1.1. La phase γ'	205
5.1.1.2. Les carbures MC et $M_{23}C_6$ et les borures	210
5.1.1.3. Les composés eutectiques	212
5.1.1.4. Chemin de solidification	213
5.1.2. Modes de durcissement de l'Inconel 738	215
5.1.3. Effet des éléments d'alliages	216
5.1.4. Mise en solution, vieillissement et évolution de la microstructure	216
5.1.4.1. Mise en solution de la phase γ'	217
5.1.4.2. Revenu ou vieillissement de la phase γ'	218
5.1.4.3. Phase γ' , traitements thermiques et micrographies	220
5.1.4.4. Cinétique de coalescence des précipités γ'	222
5.1.4.5. Comportement des carbures	223
5.2. LA FISSURATION DE L'INCONEL 738	225
5.2.1. La fissuration à chaud faisant intervenir une phase liquide	225
5.2.1.1. Fissuration lors de la solidification de l'alliage en fusion	225
5.2.1.2. Fissuration par liquation	226
5.2.1.2.1. Le phénomène de ségrégation	227
5.2.1.2.2. Les mécanismes de liquation	227
5.2.1.2.3. La fissuration par liquation : apparition	230
5.2.1.2.4. La fissuration par liquation : prévention	232
5.2.1.2.5. L'Inconel 738 et la fissuration par liquation	233
5.2.2. La fissuration au détensionnement (à température intermédiaire)	233
5.2.2.1. Détente thermique	233
5.2.2.2. Alternative à la détente thermique	235
5.2.2.2.1. Détente par vibration	235
5.2.2.2.2. Détente par champ magnétique	236
5.2.3. Le préchauffage	237
5.2.4. Étude de fissuration de l'inconel 738	238

5.3. ANALYSE DES POUDRES.....	240
5.3.1. Morphologie	240
5.3.2. Analyse à la microsonde de Castaing.....	240
5.3.3. Granulométrie	241
5.3.4. Compacité.....	242
5.3.5. Analyse thermique différentielle	242
5.4. ÉTUDE DE L'ALLIAGE PRODUIT PAR SLM.....	246
5.4.1. Microstructure	246
5.4.1.1. Défauts et fissuration.....	246
5.4.1.2. Phases présentes et vitesse de refroidissement.....	249
5.4.1.3. Analyse thermique différentielle.....	251
5.4.1.4. Interruption de cycle et mesures de dureté.....	251
5.4.2. Évolution de la précipitation γ' avec les traitements thermiques.....	253
5.4.2.1. Microstructure.....	253
5.4.2.2. Mesures de dureté.....	255
5.4.3. Analyse de la microstructure par diffraction d'électrons rétrodiffusés	256
5.4.3.1. Détermination de la texture et de la taille des grains par EBSD.....	256
5.4.3.2. Commentaire sur la fissuration.....	260
RÉFÉRENCES.....	265

5. Le cas 738

Le matériau étudié dans cette partie est le superalliage à base Nickel NC16KAT, plus couramment appelé Inconel 738. C'est un matériau difficilement soudable car sujet à la fissuration à chaud. Généralement, cette fissuration intervient lors d'un chauffage rapide du matériau, ou, dans certaines conditions, pendant le refroidissement. Lors d'une opération de soudage, des fissures se forment dans la zone affectée thermiquement. Du fait de la proximité des procédés de soudage et du SLM, il est envisagé que ce problème intervienne pendant la fabrication du distributeur haute pression par SLM. La compréhension des mécanismes de fissuration ne peut se faire sans la connaissance de la microstructure de l'alliage et son évolution avec la température. Il s'agira donc, au cours de ce chapitre, de présenter d'abord la microstructure de l'Inconel 738 puis son évolution suite à un certain nombre de traitements thermiques, depuis un état brut de fonderie, ainsi que de donner quelques éclaircissements quant aux raisons de la fissuration. Une analyse des particules de poudre sera donnée avant de traiter la question du matériau produit par SLM. La production de cet alliage a été laissée à l'ILT au sein du projet Merlin. Les paramètres de fabrication n'ont pas été transmis ce qui rend difficile la discussion de l'apparition de la fissuration avec l'énergie apportée au matériau. Les résultats présentés dans ce chapitre s'étendront davantage sur le caractère hors équilibre du matériau produit par fusion laser, qui est beaucoup plus prononcé que dans l'Inconel 625. Ceci permettra d'apporter quelques commentaires sur la fissuration.

Le lecteur connaissant déjà ce type de matériau renforcé par une précipitation de γ' pourra directement accéder au paragraphe 5.3. Le lecteur pressé pourra sauter le paragraphe 5.2, non capital pour comprendre la suite.

5.1. PRÉSENTATION DU MATÉRIAU

L'Inconel 738 est un superalliage à base nickel, avec comme principaux éléments d'alliage le chrome et le cobalt. Il a été développé dans les années 1970 par Clarence G. Bieber et ses collègues travaillant au *Paul D. Merica Research Laboratory* de *The International Nickel Company, Inc.* (Suffern, New York, États-Unis) [HAY08], pour être un alliage de fonderie structurellement stable en alliant la résistance mécanique de l'inconel 718³⁶ et la résistance à l'oxydation et à la corrosion, notamment par le soufre, de l'Udimet-500. Il possède de bonnes propriétés en fluage à haute température et peut être utilisé jusqu'à 980 °C. Cet alliage est principalement utilisé dans les moteurs aéronautiques, par exemple au niveau des aubes de turbines qui sont soumises à une contrainte et à une température élevées.

Une importante caractéristique de l'Inconel 738 est sa métastabilité thermodynamique qui conduit à une modification interne du matériau lors d'un maintien à haute température. Ainsi, la morphologie, la composition, la distribution et les propriétés des différentes phases, majeures ou mineures, sont modifiées. Les interactions entre phases peuvent donner naissance à de nouvelles phases, indésirables, qui accentuent la sensibilité à la fissuration.

Traditionnellement, l'Inconel 738 est fondu puis coulé sous vide avec les procédures standards utilisées pour les autres superalliages. Les conditions typiques de fonderie sont un maintien de 100°C à 200°C au-dessus du liquidus avant coulée dans un moule préchauffé entre 800°C et 900°C. Le matériau ainsi obtenu est sujet à une certaine microporosité qui peut être en grande partie éliminée par une compaction isostatique à chaud.

5.1.1. Composition de l'Inconel 738

L'Inconel 738 se décline en deux versions : une version avec un taux de carbone entre 0,15 % et 0,20 % en masse, et une version dite *bas carbone* (ou *LC*, *low carbon*) avec une teneur de 0,09 % à 0,13 % en masse. Cette dernière a été développée pour améliorer la coulabilité. La

³⁶ L'inconel 718 a fait l'objet d'un dépôt de brevet le 13 novembre 1958 qui a été délivré le 24 juillet 1962 (*US Patent 3,046,108*). [EIS91]

différence en quantité de carbone ne modifie pas sensiblement les propriétés en traction du matériau.

Le Tableau 5.1 donne la composition de différents superalliages dont l'Inconel 738. Les valeurs pour les autres superalliages sont données à titre informatif : ceux-ci sont mentionnés dans le chapitre. Il peut d'ores et déjà être noté que l'Udimet 520 et l'Udimet 720 sont, comme l'Inconel 738, assez chargés en éléments titane et aluminium, alors que les teneurs de ces éléments dans l'Inconel 718 sont plutôt assez faibles.

	Cr	Co	Ti	Al	W	Ta	Mo	Nb	C	Si	Mn	Fe	Ni
Inconel 738 - fonderie -	15,9	8,3	3,3	3,4	2,5	1,9	1,8	0,9	0,1	0,03	< 0,03	0,06	Reste
Inconel 738 - poudre -	16,1	8,58	3,44	3,44	2,6	1,69	1,74	0,82	0,12	0,06	0,002	0,08	Reste
Inconel 718	18	0,2	0,9	0,5	-	-	3	5	0,05	0,1	0,1	18	Reste
Udimet 500	18	18,5	2,9	2,9	-	-	4	-	0,08	-	-	-	Reste
Udimet 520	19,1	12,07	3,04	2	1,03	-	5,01	-	0,06	0,35	0,35	0,7	Reste
Udimet 720	16	15	5	2,5	1,3	-	3	-	0,02	-	-	-	Reste

Tableau 5.1 – Tableau de composition de différents superalliages à base nickel. La composition des alliages, autre que l'Inconel 738, est donnée à titre informatif car ils sont mentionnés dans le chapitre.

Le nickel permet une certaine stabilité du matériau à haute température. De nombreux autres éléments sont nécessaires et ajoutés à la composition de l'alliage, pour que celui-ci puisse prétendre à ses bonnes propriétés :

- le chrome protège de l'oxydation et de la corrosion par le soufre ou le chlore ;
- le cobalt élève la température d'utilisation en augmentant les températures de solvus et de solidus ;
- le molybdène, le tungstène et en particulier le tantale sont importants pour les propriétés mécaniques car ils contribuent au durcissement par solution solide. Le tungstène est plus efficace que le molybdène pour augmenter la résistance à la déformation. Il est alors possible d'augmenter le durcissement par solution solide et de réduire le grossissement des précipités de phase γ' en augmentant la quantité de tungstène au détriment du molybdène [THA97] ;
- l'aluminium et le titane permettent de durcir le matériau, à la fois par solution solide et par précipitation de la phase γ' -Ni₃(Ti,Al). Il est possible de réduire la fraction volumique de phase γ' en substituant une partie de l'aluminium par du titane, du niobium et du tantale. Cette modification de composition a aussi tendance à augmenter le désaccord paramétrique entre la phase γ et la phase γ' [THA97]. En outre, le titane permet la formation de carbure de type TiC ;
- le niobium autorise la présence de carbure de type NbC.

D'autres éléments tels que le fer, le manganèse, le soufre, le phosphore ou encore le silicium, présents dans l'alliage du fait de l'élaboration par fonderie, sont plutôt à proscrire car ils fragilisent les joints de grains par ségrégation. [THA97]

Les proportions d'aluminium et de titane sont toutes deux supérieures à 3 % en masse. Ces teneurs en éléments durcissants placent l'Inconel 738 dans la catégorie des superalliages à base nickel difficilement soudables.

5.1.2. Description générale de la microstructure de l'Inconel 738

L'Inconel 738 brut de fonderie présente une microstructure dendritique grossière, avec des grains pouvant mesurer plusieurs millimètres, ce qui lui donne une certaine résistance au

fluage. Ces grains présentent plusieurs phases. Une première phase, austénitique et généralement baptisée γ , constitue la matrice métallique de l'alliage. À l'intérieur de celle-ci se situe une phase durcissante appelée γ' , présente de manière intragranulaire et intergranulaire, et dont la fraction volumique peut dépasser 45 % à la suite de traitements thermiques. Certains superalliages permettent une précipitation de phase γ' jusqu'à 70%. Des carbures et des borures bordent les joints de grain et les zones interdendritiques. Enfin, des constituants eutectiques ternaires MC + γ + γ' font aussi partie de la microstructure. La Figure 5.1 permet d'observer un grain dendritique ainsi que la présence des eutectiques et des carbures. Tous ces éléments sont développés plus longuement dans la suite.

5.1.2.1. La phase γ

La phase γ est la phase principale de l'Inconel 738. C'est une matrice métallique austénitique de structure cubique à face centrée, principalement composée de nickel mais qui possèdent un fort taux d'éléments secondaires en solution solide, tels que le chrome, le cobalt, le molybdène ou encore le tungstène.

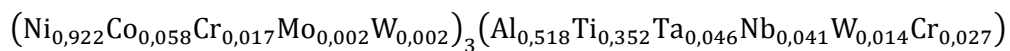
Lors de la solidification du liquide, la phase γ se met en place sous forme de dendrites³⁷ dont les branches croissent suivant les directions cristallines $\langle 100 \rangle$. La taille des dendrites, et donc des grains de l'alliage, dépend de la vitesse de refroidissement.

Lorsque celle-ci est élevée, les dendrites croissent de manière plus ou moins alignée avec le gradient thermique. La croissance se fait selon l'une des directions cristallines $\langle 100 \rangle$ à partir de laquelle croissent orthogonalement les branches secondaires. Les dendrites peuvent revêtir une forme allongée et les grains forment alors une structure colonnaire, autrement appelée structure basaltique³⁸.

Pour une faible vitesse de solidification, il n'y a pas d'alignement préférentiel suivant le gradient thermique. Les dendrites croissent de manière homogène ce qui conduit à une structure équiaxe.

5.1.1.1. La phase γ'

Lorsque la limite de solubilité du titane et de l'aluminium est atteinte dans la matrice, il y a formation d'un précipité basé sur la phase Ni_3Al du système binaire Ni-Al. Une importante substitution de l'aluminium de cette phase est réalisée par le titane, lequel se retrouve assez peu dans la matrice. La phase est généralement notée $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$, ou γ' . C'est la phase durcissante de l'alliage. Il s'agit d'une structure ordonnée appartenant au groupe d'espace Pm3m (*Strukturbericht* L1₂) c'est-à-dire une structure cubique à face centrée dans laquelle les atomes d'un élément se trouvent aux sommets du cube et les atomes de l'autre élément se situent aux centres des six faces du cube. La structure est représentée sur la Figure 5.2. L'arrangement des atomes mène bien à une stœchiométrie $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$. Il a été suggéré que la composition de cette phase est, dans l'Inconel 738 [THA97] [[STE79]]:



³⁷ Du grec *δενδρίτης* (*dendritês*) : afférent, relatif à l'arbre, dérivé de *δένδρον* (*dendron*) : l'arbre.

³⁸ Cette appellation fait référence à la forme qu'adoptent les coulées de laves basaltiques à la solidification. Du fait d'une contraction rapide induite par le refroidissement et la déshydratation de la lave, la roche se fissure de la surface vers la profondeur. La fissuration se fait de manière perpendiculaire à la surface, et les fissures se développent en créant de très longues colonnes à base hexagonale. Cette géométrie peut être reproduite par l'assèchement d'argile ou de fécule de maïs, ce qui a permis à certains chercheurs de mettre en équation le refroidissement. [GOE08] [ScV09]

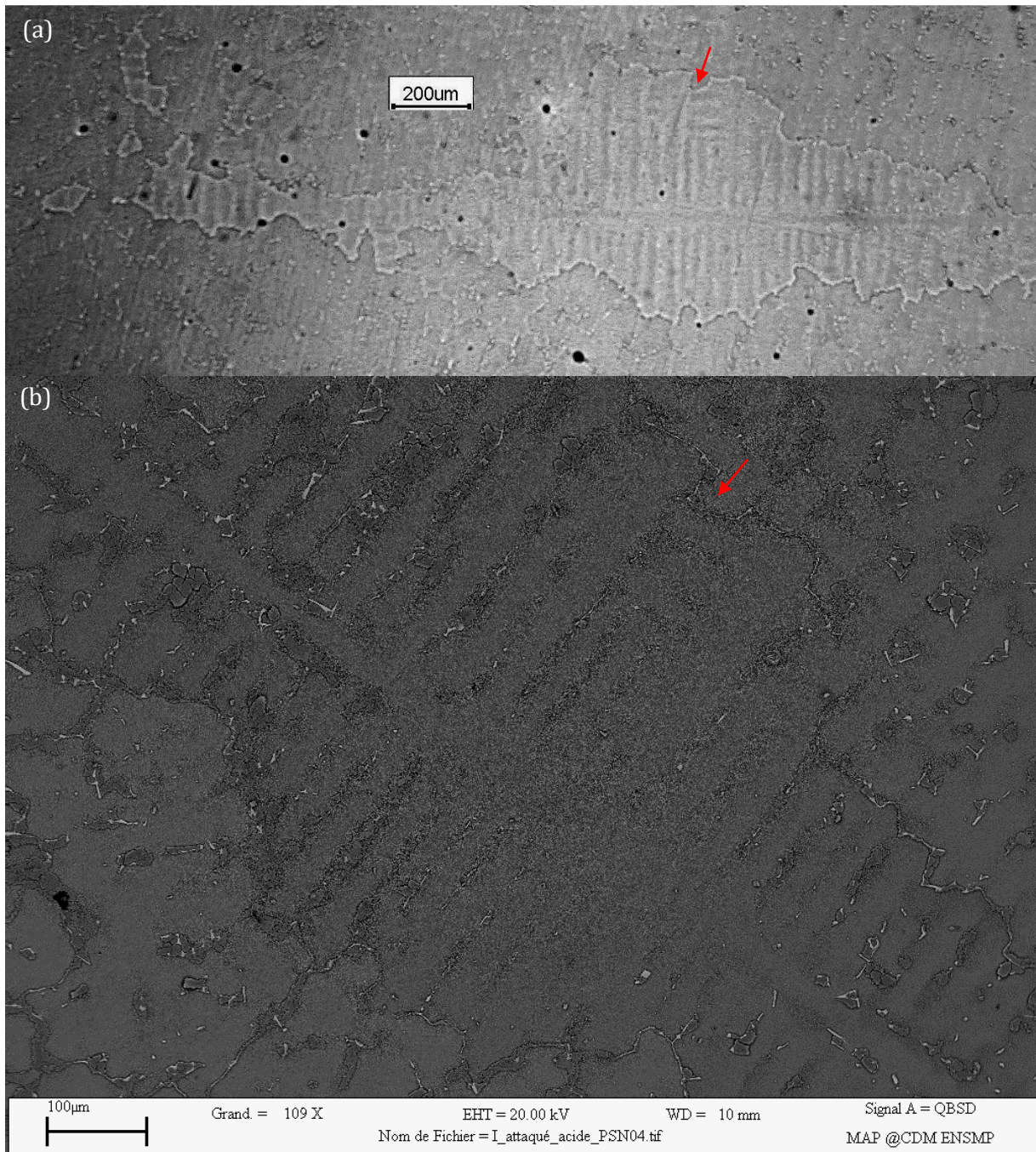


Figure 5.1 – Microstructure de l’Inconel 738 brut de fonderie. (a) Micrographie optique montrant clairement un grain ainsi que la microporosité dont l’alliage est pourvu. Le même grain est représenté sur (b); la flèche rouge indique la correspondance. (b) Image MEB en électrons rétrodiffusés (BSE, backscattered electron). Un des grains dendritique s’étend du coin haut gauche au coin bas droit. Le joint de grains est bordé de carbures : les éléments blancs. Les eutectiques, certains des éléments foncés, sont présents dans l’ensemble du matériau. La porosité correspond aux taches noires. Avant observation, l’échantillon a été poli puis a subi une attaque électrolytique dans un mélange {12 mL H_2PO_4 + 40 mL HNO_3 + 48 mL H_2SO_4 } à 5 V pendant 10 secondes.

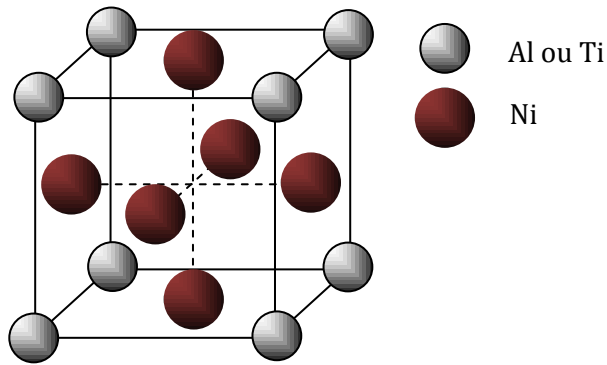


Figure 5.2 – Structure cristallographique $L1_2$ de la phase $Ni_3(Al,Ti)$. Cette phase est basée sur la phase Ni_3Al du système binaire Ni-Al, mais dans laquelle le titane est présent en substitution.

Suivant le mécanisme de croissance qui prend place pendant le refroidissement, les précipités peuvent prendre différentes formes. Si la croissance est contrôlée par la réaction à l'interface γ/γ' , les précipités ont une forme cubique, tandis que si la croissance est contrôlée par la diffusion, ils ont une forme *étoilée* [DUR98][HAY08]. La forme sphérique reste la forme la plus stable pour les très petits précipités. Ces différentes géométries sont représentées sur la Figure 5.3. En outre, il peut être noté que la forme des précipités joue un grand rôle dans leur cohérence avec la matrice.

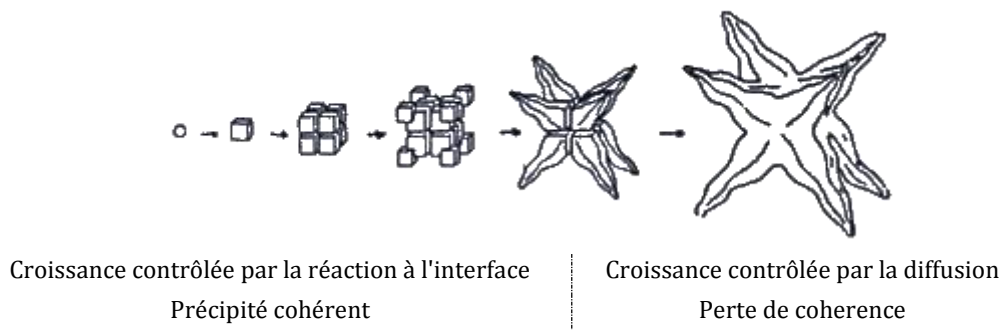


Figure 5.3 – Évolution de la forme des précipités γ' et de leur cohérence avec la matrice, en fonction du mécanisme de croissance. [DUR98][HAY08]

S'il n'existe pas de zones libres de précipités dans l'alliage brut de fonderie, celui-ci présente néanmoins une précipitation hétérogène ; de vastes zones ne sont peuplées que de précipités d'environ 280 nm, tandis que le reste de l'alliage possède des précipités un peu plus gros, d'une taille moyenne de 350 nm. Dans les deux cas, les précipités ont une géométrie plutôt cubique tout en présentant de fortes exceptions. Cette hétérogénéité de précipitation peut être observée sur la Figure 5.4. Une observation de la structure de l'alliage à un grossissement plus faible révèle que la précipitation fine se produit dans les bras de dendrites tandis que celle plus grossière ne se produit que dans les espaces inter-dendritiques et les joints de grains. Cela s'explique par la microségrégation des éléments précipitants, qui sont rejetés dans le liquide au fur et à mesure de la solidification.

Le même phénomène induit aussi une hétérogénéité de composition car il modifie le solvus des précipités γ' d'environ 20°C à 50 °C suivant leur position dans la dendrite. Tous les précipités ne se forment donc pas au même moment pendant le refroidissement de la pièce moulée.

Au bord des joints de grains, c'est-à-dire dans les zones fortement sursaturées en aluminium et en titane, les précipités γ' ont dépassé le stade du simple cube. Leur forme est plutôt un octupole de cube dont les coins *extérieurs* commencent à s'allonger pour atteindre la

forme étoilée. Ces formes géométriques, visibles sur la Figure 5.5, tendent à diminuer la cohérence avec la matrice. Les propriétés mécaniques résultantes en sont amoindries.

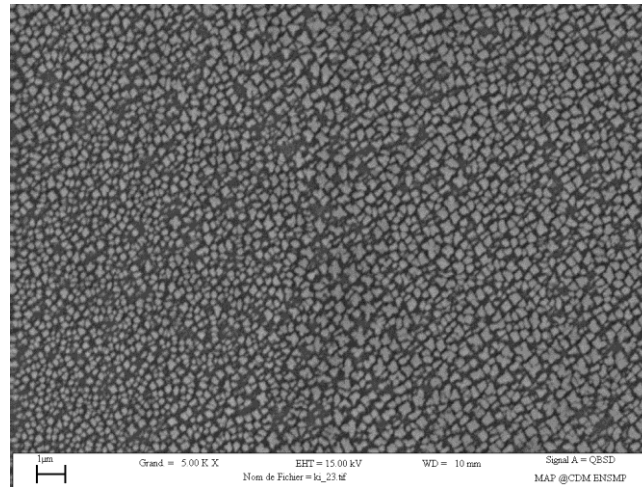


Figure 5.4 – Microstructure de l'Inconel 738 révélée par une attaque électrolytique dans $\{0,5 \text{ g CuSO}_4 + 50 \text{ ml H}_2\text{O}\}$ à 5 V pendant 10 secondes. L'image MEB en mode BSE montre les différentes morphologies que peuvent présenter les précipités γ' dans l'alliage brut de fonderie. La barre d'échelle indique 1 μm .

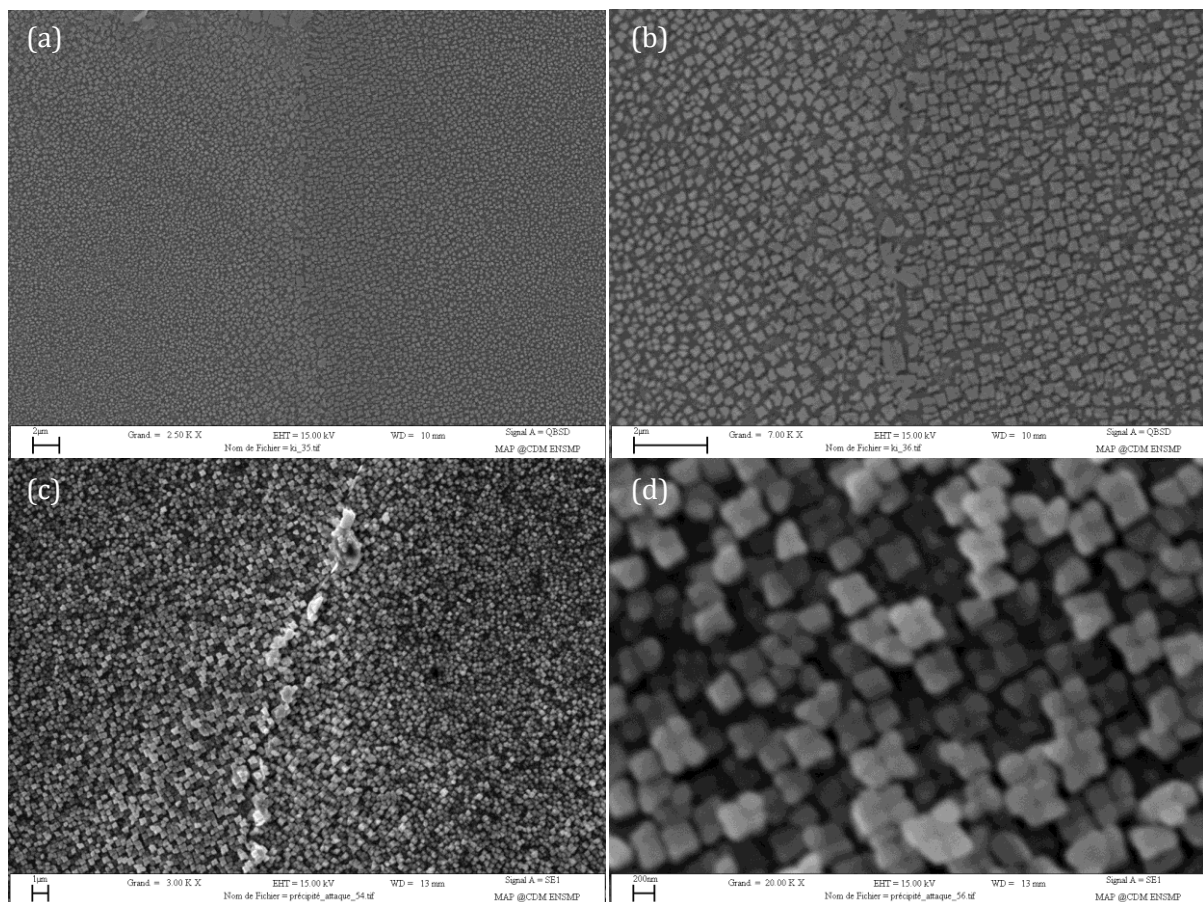


Figure 5.5 – Joints de grains observés par MEB : (a) mode BSE, $\{0,5 \text{ g CuSO}_4 + 50 \text{ ml H}_2\text{O} - 5 \text{ V} - 10 \text{ s}\}$, (b) grossissement de (a), (c) Mode SE $\{1 \text{ g CuSO}_4 + 50 \text{ ml H}_2\text{O} + 6 \text{ mL NH}_3 + 1 \text{ g acide citrique} - 10 \text{ V} - 600 \text{ s}\}$, (d) grossissement de (c). Échelle : (a) 2 μm , (b) 2 μm , (c) 1 μm , (d) 200 nm.

Un traitement de remise en solution ainsi qu'un traitement de vieillissement s'avèrent donc indispensables pour transformer le matériau, afin d'atténuer les effets de la ségrégation et

de maîtriser la forme des précipités ; l'alliage pourra alors développer les propriétés mécaniques nécessaires à son application.

À la suite de tels traitements, l'Inconel 738 présente deux types de précipités différents. Les précipités les plus gros, dit précipités primaires (γ'_I), sont de forme cuboïde, tandis que les plus petits, les secondaires (γ'_{II}) sont de forme sphéroïdale³⁹. Avant un traitement de vieillissement important, la taille des précipités primaires se situe entre 350 nm et 500 nm, alors que celle des précipités secondaires varie entre 20 nm et 90 nm. [DAN08] [MOS03] [[STE79]] [THA97] [YOS96]. La présence de cette répartition bimodale de précipités permet d'atteindre de bonnes propriétés à la fois en traction et en fluage. Généralement, la précipitation représente environ 50% de la fraction volumique du matériau, répartie de manière équitable entre les deux types de précipités. Cette fraction volumique est souvent assimilée à la fraction massique.

Une modélisation de la précipitation γ' dans les superalliages a permis de déterminer que la fraction volumique de précipité est plus dépendante de la teneur en aluminium que de la teneur en titane. C'est donc principalement le taux d'aluminium qui fixe la quantité de phase durcissante. De manière un peu corollaire, il apparait que la cinétique de précipitation et de dissolution de ces précipités est, avant tout, gouvernée par la diffusion de l'aluminium. [PLA03][KAR01]

La Figure 5.6 représente des précipités γ'_I et γ'_{II} obtenus dans l'Udimet 720, fortement semblables à ceux observés dans l'Inconel 738 [TER06]. L'Udimet 720 est un autre superalliage à base nickel soumis à la précipitation et à la fissuration à chaud avec une concentration un peu plus importante en titane, et un peu inférieure en aluminium.

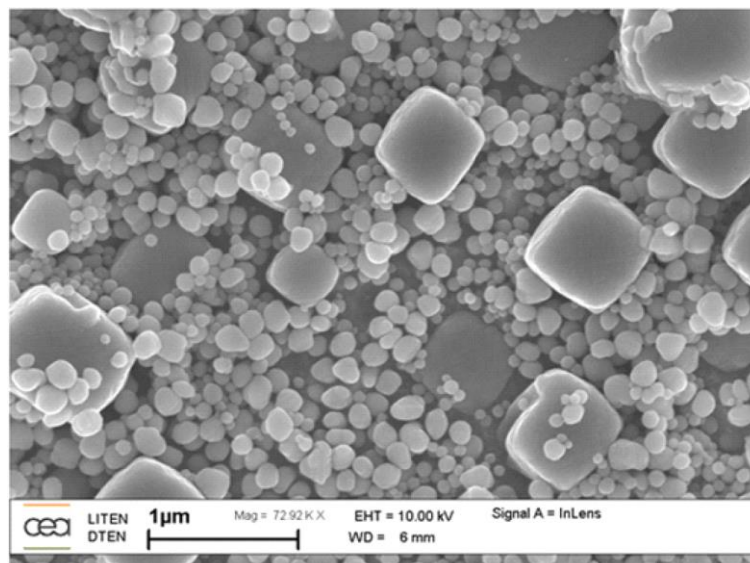


Figure 5.6 – Photographie MEB de la précipitation intragranulaire de phase γ' primaire (cuboïde) et secondaire (sphéroïdale). Le lieu de la précipitation est un superalliage à base nickel : L'Udimet 720. L'image résulte de l'observation d'un échantillon fortement attaqué avec un microscope muni d'un canon à effet de champ. [TER06]

Ce composé intermétallique présente un faible désaccord paramétrique, de l'ordre du pourcent, avec la matrice austénitique Ni-Cr-Co dans le matériau traité thermiquement. Du fait de la faible différence entre la structure cristallographique, toutes deux cubiques à face centrées,

³⁹ La croissance de ces précipités primaires et secondaires, qui apparaissent après le vieillissement, fait suite à la dissolution, lors de la remise en solution, de la première génération de précipités qui s'est formée depuis l'état liquide. Les précipités *primaires* de cette seconde génération proviennent essentiellement des restes des précipités qui ne se sont pas dissous complètement après le traitement thermique.

et la proximité du paramètre de maille des deux phases γ et γ' , il existe des plans d'accrolement préférentiels pour lesquels la cohérence est excellente. Ceci joue sur la germination de la phase qui, dans les faits, est très rapide avec un grossissement très lent. Le désaccord paramétrique, qui est fonction des éléments composant les deux phases principales, influence la morphologie et la stabilité des précipités. Ainsi, le choix des éléments d'alliage et de leur proportion est crucial pour obtenir une bonne résistance au vieillissement, c'est-à-dire obtenir un grossissement des précipités le plus lent possible.

La phase γ' a aussi d'intéressant le fait que sa limite d'écoulement augmente avec la température, jusqu'à atteindre un maximum vers 700°C. Ce comportement, attribué à un mécanisme complexe du glissement des dislocations à l'intérieur de la phase, est induit par les contraintes de cohérence entre les précipités et la matrice, et par les défauts d'empilements présents au sein de la phase γ' . [DUR03]

5.1.1.2. Les carbures MC et $M_{23}C_6$ et les borures

Les carbures présents dans la structure brute de fonderie sont essentiellement des carbures dits *primaires*, c'est-à-dire de type MC. Leur taille varie du micron à la centaine de microns avec une morphologie irrégulière. Les carbures représentent la deuxième phase qui se forme lors de la solidification, comme l'indique le diagramme de la Figure 5.12. Leur formation commence dans le liquide. Lors de la solidification de celui-ci en phase γ , les carbures « flottants » dans le liquide se trouvent poussés par le front de solidification pour finalement être piégés aux joints de grains et dans les espaces inter-dendritiques. Ils sont très peu présents dans les bras dendritiques, comme en atteste la Figure 5.7.

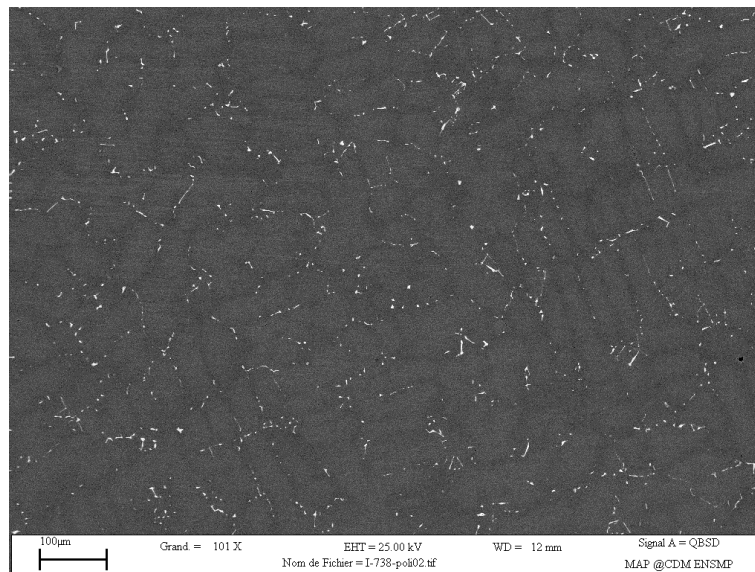
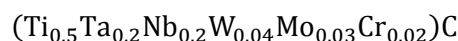


Figure 5.7 – Microstructure de l'Inconel 738 brut de fonderie. La photographie MEB, prise en électrons rétrodiffusés, présente une population de carbures, en blanc. Ces carbures, de type MC, se situent dans une large majorité au niveau du liseré gris foncé qui caractérise les zones inter-dendritiques. Les bras de dendrites, qui apparaissent en gris clair, semblent en être dépourvus. Au passage, de petits points noirs sont visibles, trahissant la présence de pores. L'échantillon a été observé suite à un polissage sans attaque.

Ces carbures, formés pendant le refroidissement du liquide lors du procédé de fonderie, sont généralement stables, si bien que les carbures de tantale TaC sont difficiles à dissoudre dans la phase solide γ . Cependant leur taille et la fraction volumique peut être contrôlées dans les joints de grains, ce qui permet de limiter la croissance des grains pendant des traitements thermiques ultérieurs. Il a été suggéré que ces carbures avaient la composition suivante :



Ces carbures sont souvent décrits comme ressemblant à des caractères chinois (*chinese script-like*) lorsqu'ils sont observés en coupe. En réalité, c'est l'agencement de plusieurs carbures qui donnent cette morphologie dans les superalliages. La Figure 5.8 montre ce qu'il faut comprendre par « caractère chinois » sur l'Inconel 738 et sur le MAR-M247. [KIM06][MUR86][SZC11]

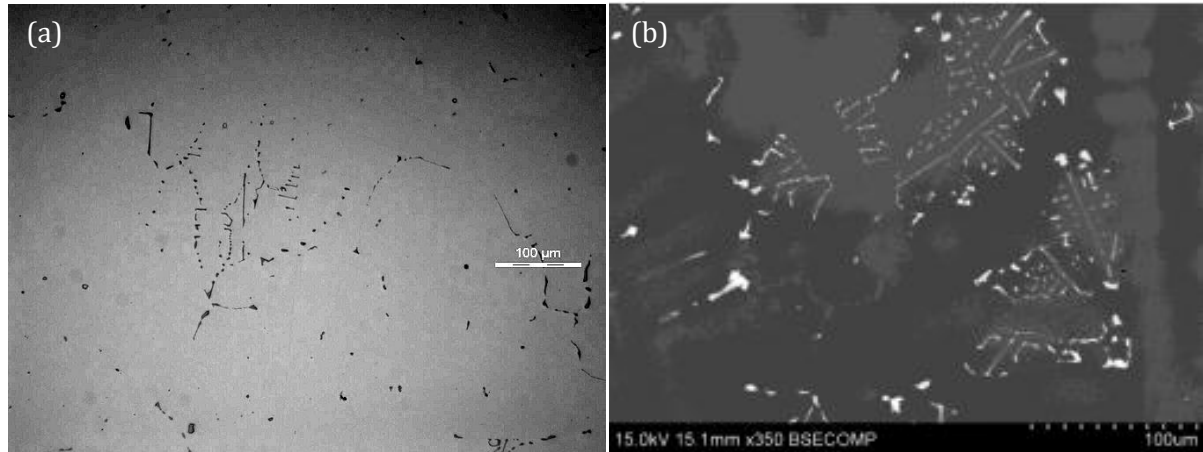


Figure 5.8 – Agencement de plusieurs carbures sous forme de caractères chinois. (a) Microscopie optique d'Inconel 738, (b) Image MEB-BSE de MAR-M247 [SZC11].

Lorsque les carbures sont observés individuellement par attaques électrolytiques, il apparaît qu'ils peuvent être sous trois formes différentes : sous forme de bloc (*blocky*), de pétale (*flaky*) ou de réseau (*lattice-like*). Ces formes sont représentées sur la Figure 5.9.

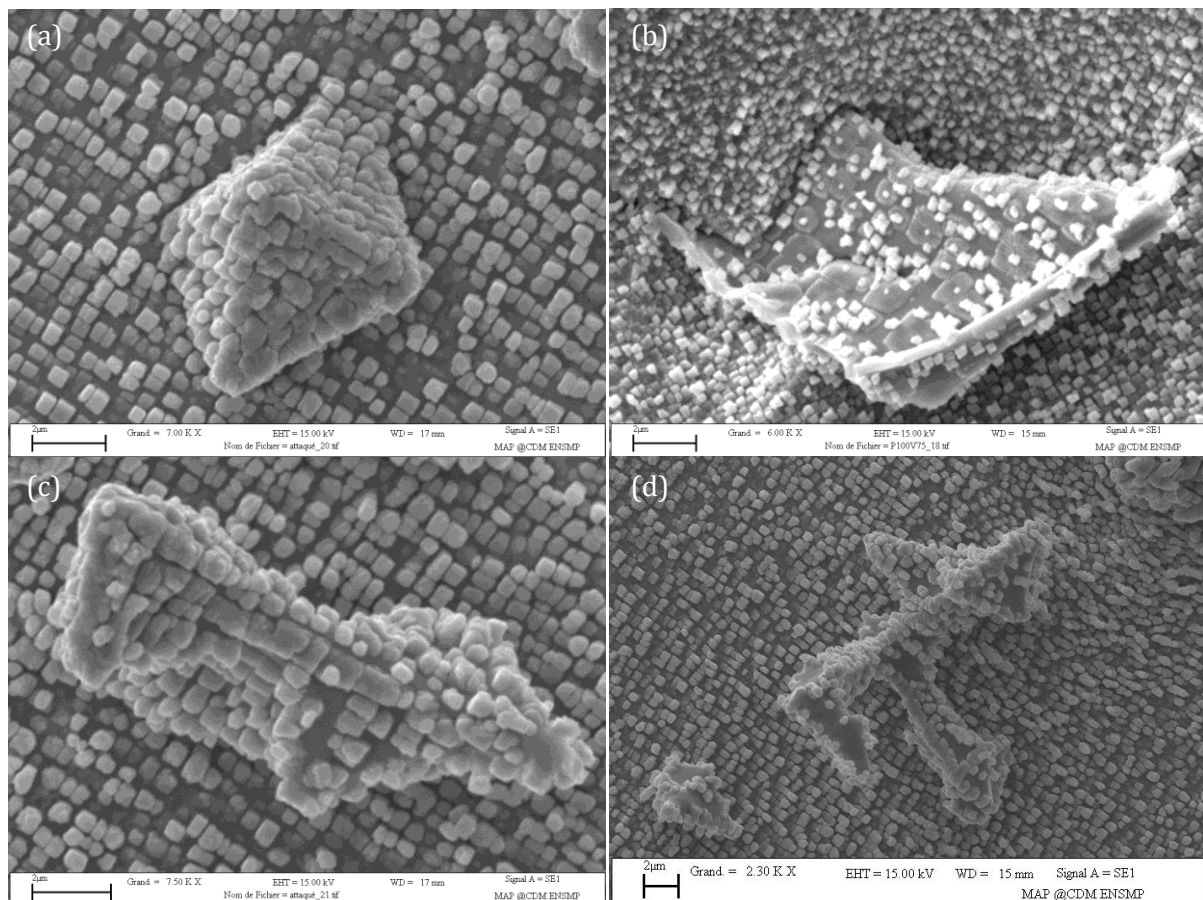


Figure 5.9 – Observation au MEB-SE de carbures présent dans l'Inconel 738. {1 g CuSO_4 + 50 ml H_2O + 6 mL NH_3 + 1 g acide citrique – 10 V – 300 s}. (a) bloc, (b) pétale, (c) réseau en développement, (d) réseau avancé. Les carbures sont partiellement recouverts de précipités γ' . La barre d'échelle représente toujours 2 µm.

Des études ont été menées et montrent une légère modification de la forme de ces carbures avec la composition de l'alliage ainsi qu'avec la vitesse d'avance du front de solidification.

Lorsqu'ils sont fins et distribués uniformément, les carbures participent à la bonne résistance mécanique de l'alliage en bloquant le glissement des joints de grains, même à température élevée. [KIM06][MUR86]

Tout atome de carbone libre, au-delà de la limite de solubilité, qui n'a pas précipité sous forme MC depuis le liquide, précipite en carbure de type $M_{23}C_6$ lors du refroidissement du lingot coulé solide. Ces précipités sont fins et se forment autour du solvus de $M_{23}C_6$, c'est-à-dire entre 1000°C et 1050°C. Généralement, la fraction volumique de ces précipités, situés aux joints de grains, est très faible dans le matériau brut de fonderie. Néanmoins, une quantité notable de ces précipités se forme à la suite de traitements thermiques de vieillissement. Les carbures $M_{23}C_6$ se forment exclusivement aux joints de grains.

Les borures, également présents aux joints de grains, augmentent la résistance au glissement aux joints de grains. La résistance au fluage est donc améliorée, et le risque de rupture intergranulaire limité. Toutefois, ces composés présentent des points de fusion assez bas ce qui peut entraîner, lors d'une élévation de température, leur fusion aux joints de grains : c'est la brûlure, ou liquation. L'alliage est fortement fragilisé et bien souvent inutilisable. Seule une fusion totale peut régénérer le matériau.

5.1.1.3. Les composés eutectiques

Les deux diagrammes pseudo-ternaires Ni_3Al - Ni_3Cr - Ni_3Ti [RAG05], élaborés à 1000°C et 750°C, donnés en Figure 5.10, suggèrent la formation d'un eutectique $\gamma + \gamma'$ dans l'inconel 738, ou plutôt d'un péritectique. Lors d'une élaboration par fonderie, la présence de ces composés et d'autant plus importante que le refroidissement permet la microségrégation des éléments d'alliage.

Ces phases se présentent sous la forme de lamelles, de fines plaquettes, de radeaux ou encore de coquillages, au milieu de la phase γ , comme en témoigne la Figure 5.11. Ils induisent des hétérogénéités de déformation dans le matériau, puisque, dans ces zones, le mécanisme de déformation est plutôt composé de la montée des dislocations que du cisaillement des précipités.

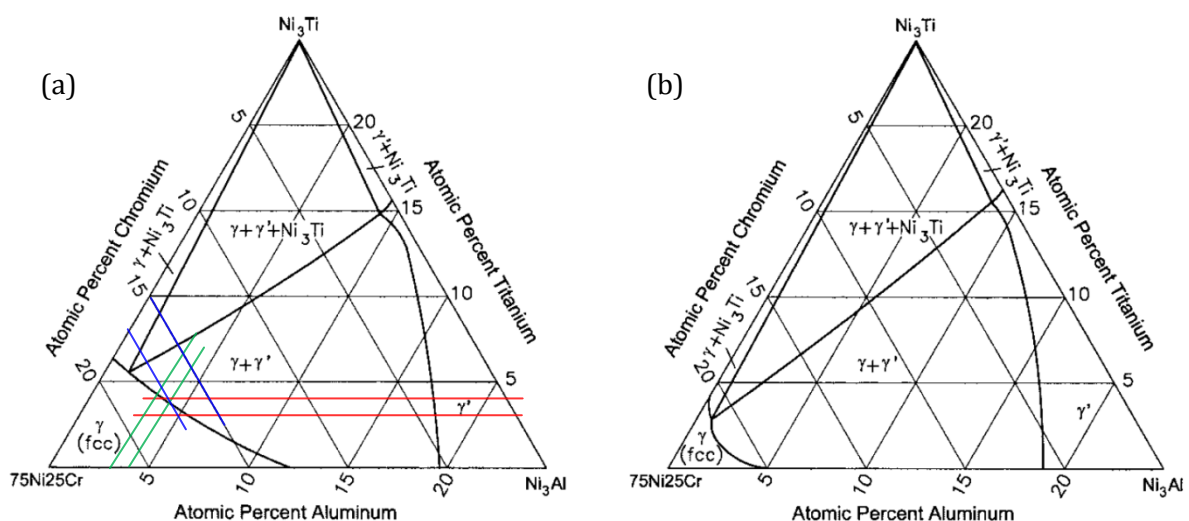
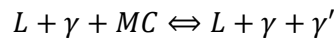


Figure 5.10 – Diagramme pseudo-ternaire Ni_3Al - Ni_3Cr - Ni_3Ti à (a) 1000°C et (b) 750°C. [RAG05]

Bien qu'il soit généralement admis que cette phase résulte effectivement de la réaction eutectique binaire $L \Leftrightarrow \gamma + \gamma'$, il est à noter que certains auteurs y voient plutôt une réaction péritectique ternaire de classe II :



Ceci permet notamment d'expliquer la présence systématique de carbures à la « base » des coquillages eutectiques. Cette réaction justifie aussi la présence de forme carrée sur les carbures, forme particulièrement visible sur la Figure 5.9 (b). Pour plus d'information ainsi que de multiples références bibliographiques sur le sujet, le lecteur intéressé pourra se reporter à [OJ006].

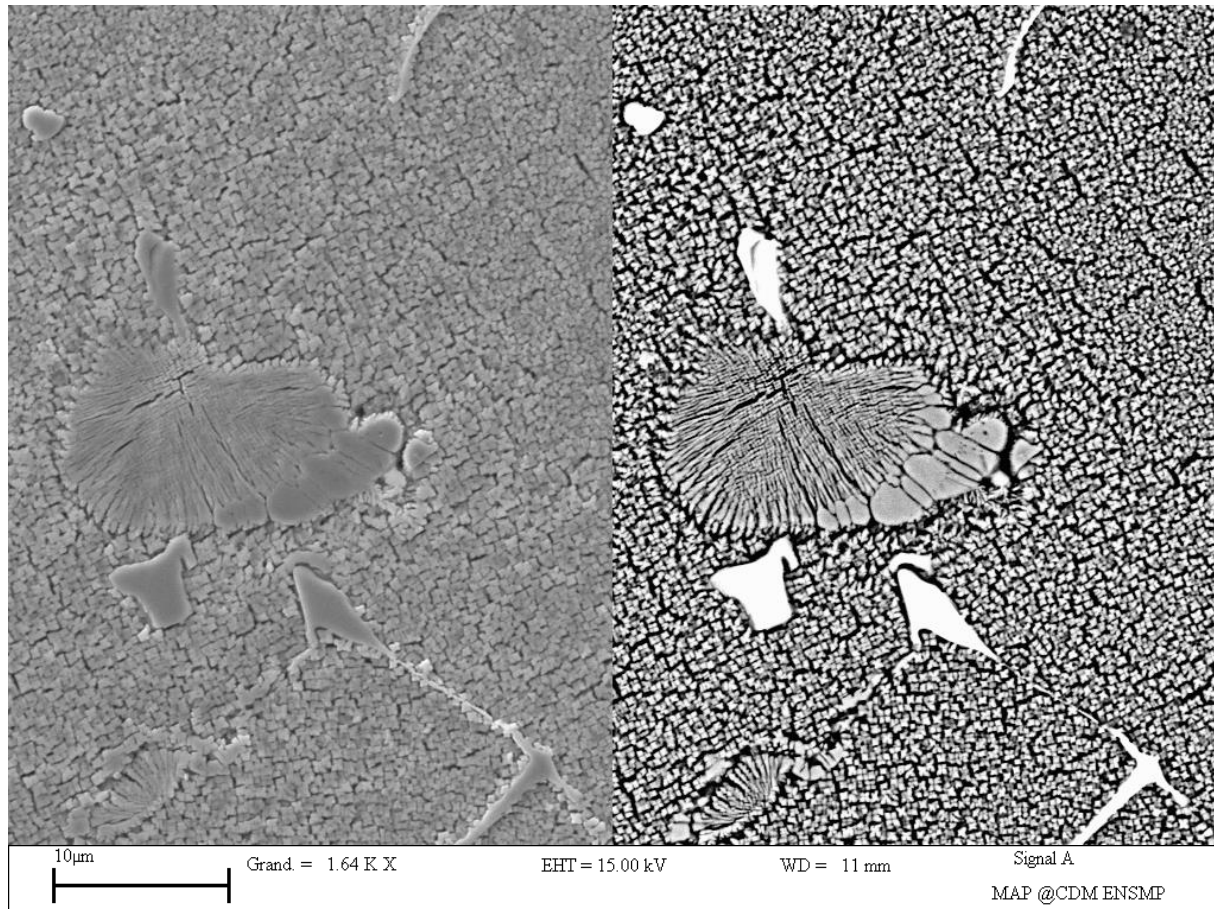


Figure 5.11 – Microstructure de l’Inconel 738 brut de fonderie. Photographie MEB : (a) en électrons secondaires et (b) en électrons rétrodiffusés. La figure montre deux composées eutectiques en forme de coquillage (un au milieu et un en bas à gauche) ainsi que des carbures, bien visibles en blanc sur l’image (b). Ces deux éléments microstructuraux sont entourés de précipités γ' . L’échantillon a subi une attaque chimique identique à celle effectuée pour la Figure 5.1.

5.1.1.4. Chemin de solidification

La Figure 5.12 montre un diagramme indiquant, pour l’Inconel 738, la fraction molaire de phase présente en fonction de la température, calculée à l’équilibre par Thermo-Calc. [TAN07]

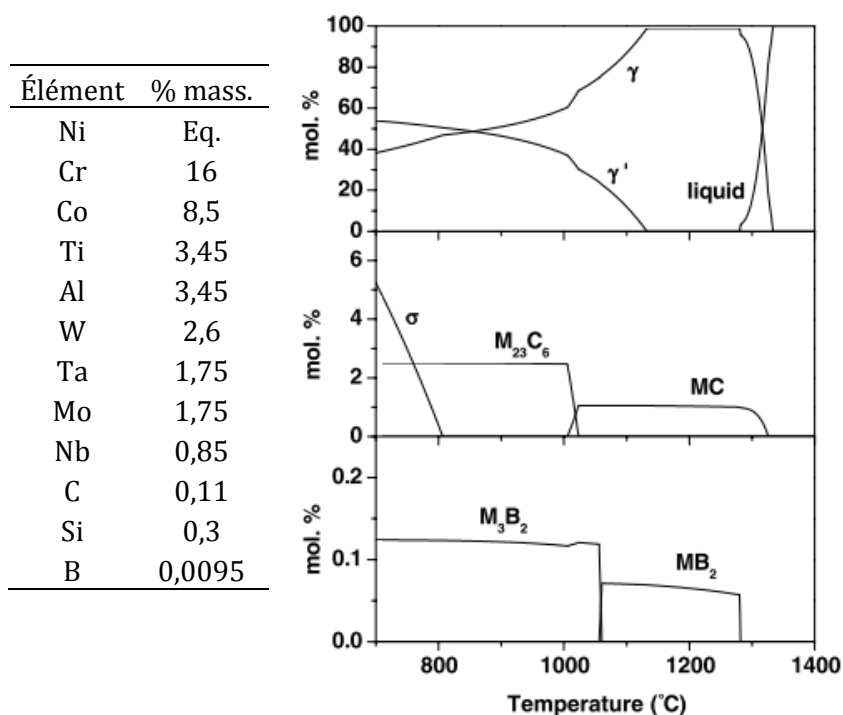


Figure 5.12 – Diagramme donnant, pour les différentes phases de l'Inconel 738, la fraction molaire attendue en fonction de la température en respectant l'équilibre thermodynamique et calculée par Thermo-Calc. Le tableau donne la composition nominale de l'alliage pour laquelle le diagramme a été calculé [TAN07]. Le même diagramme, exprimé cette fois-ci en pourcentage massique, et non molaire, peut-être trouvé dans [VIT04]

La description ci-dessous qui est faite de la séquence de solidification ne mentionne pas la formation de borures. Elle a pour simple but d'expliquer la lecture du diagramme et de donner l'évolution des phases majeures avec la température.

Lors de la solidification, la première phase solide qui se forme à partir du liquide est la phase γ qui représente la matrice de l'alliage. La température qui caractérise l'apparition du premier germe solide est appelé liquidus, et est égale à 1334 °C. Très rapidement, en terme de température, à environ 1327 °C, se forme la phase carbure MC.

Tandis que le liquide se solidifie, la proportion de phase γ augmente rapidement. La température à laquelle les dernières gouttes de liquide disparaissent est appelée solidus. Elle est égale à 1281 °C et correspond à un alliage entièrement solide composé exclusivement de la phase γ et des carbures MC. L'intervalle de solidification est de 53 °C. La fraction de carbures MC n'évoluera quasiment plus jusqu'au refroidissement complet de l'alliage pour une raison cinétique, bien que le diagramme indique leur disparition.

Alors que le refroidissement se poursuit, la fraction de phase γ reste constante jusqu'à 1132 °C. Cette température caractérise l'apparition du premier précipité γ' au sein de la matrice γ et est appelé température de solvus de γ' . À partir de cette température, la solubilité de l'aluminium et du titane a suffisamment diminué dans la phase γ pour finalement former des précipités γ' avec le nickel. La proportion de phase γ' augmente progressivement au détriment de la phase matricielle γ pour atteindre environ 50 % molaire (ou massique) pour une température d'environ 850 °C. Pendant cette évolution, la température passe par une zone de stabilité de la phase carbure $M_{23}C_6$. Le carbone étant déjà principalement combiné avec des éléments lourds pour former les carbures MC et le temps resté à cette plage de température étant assez restreint, ces carbures $M_{23}C_6$ ne sont pas retrouvés dans l'alliage brut de fonderie. Néanmoins, ils apparaîtront lors de traitements thermiques ultérieurs (vieillessement) puisque la température et le temps de maintien seront propices à leur développement. Trahissant leur mode d'apparition, ces carbures sont parfois appelés *carbures de revenu*.

Le diagramme de la Figure 5.12 est issu d'un calcul qui respecte l'équilibre thermodynamique. Ainsi, les températures données pour les changements de phase, et leur proportion d'existence, ne reflètent que le résultat du calcul qui se base sur des hypothèses qui ne sont pas nécessairement respectées dans la réalité. Ces températures ne sont donc pas absolues, mais donnent plutôt une idée des températures réelles. Il en est de même pour la proportion de phases : des effets cinétiques apparaissent comme en témoigne la présence de carbures MC et l'absence de carbure $M_{23}C_6$ et de la phase σ .

L'équilibre thermodynamique est respecté, entre autre, lorsque le refroidissement est *infinitement lent*. Ceci correspond à une des hypothèses de calculs, qui n'est pas réalisée dans l'alliage réel. Toutefois, pour des vitesses de refroidissement de quelques kelvins ou dizaines de kelvin par minutes, comme celles observées en fonderie, le diagramme est assez pertinent et permet de comprendre l'évolution de la microstructure. En revanche, il ne sera pas pertinent pour interpréter la formation des phases dans l'alliage issu de l'élaboration par *SLM* puisque des effets cinétiques très importants entrent en jeu du fait que la vitesse de refroidissement peut atteindre quelques milliers de kelvins par seconde. Ce point rejoint les observations faites sur la microstructure de l'Inconel 625 qui était presque dépourvue de toute précipitation. Toutefois, comme il le sera vu dans la suite, la précipitation de la phase γ' est très rapide dans l'Inconel 738 du fait de la forte proportion des éléments aluminium et titane. Pour cette raison, il est possible que la microstructure de l'Inconel 738 élaboré par fusion sélective soit différente de celle de l'Inconel 625, qui ne forme pas ou peu de γ' (voir le paragraphe 4.3.4).

5.1.2. Modes de durcissement de l'Inconel 738

L'Inconel 738 est renforcé par trois mécanismes différents : les éléments en solution solide, la précipitation des carbures incohérents et la précipitation de la phase γ' cohérente

Le durcissement par solution solide est le résultat de la distorsion du réseau cristallin créée par des atomes qui se sont substitués au nickel. Il s'agit surtout des éléments d'alliages tels que le tungstène, le molybdène, le cobalt, le chrome, le titane et l'aluminium. Un atome placé en substitution crée dans son voisinage proche un champ de contrainte sphérique. La matière environnante est alors sous tension ou sous compression, en fonction de la taille de l'atome soluté par rapport au solvant. Ce champ de contrainte interagit avec le champ de contrainte d'une dislocation, de manière élastique. L'énergie de la dislocation augmente et la force nécessaire à son déplacement devient plus importante. La limite d'élasticité augmente : le matériau est plus dur. À la fois la taille de l'atome et le module de l'espèce atomique influencent cette interaction. Les atomes en solution ont aussi généralement tendance, lorsque cela leur est permis par la température, à diffuser vers les dislocations et à se regrouper autour d'elles. Les dislocations se retrouvent alors ancrées, et leur déplacement est plus difficile.

La précipitation des carbures, qui s'effectue aux joints de grains, permet d'en améliorer l'ancrage, c'est-à-dire que le mouvement de glissement lors du fluage est limité ainsi que la croissance de grains.

Le durcissement par précipitation de la phase γ' est le mode de durcissement le plus important de l'Inconel 738. Différentes conditions peuvent être formulées pour caractériser le bon niveau de durcissement : la fraction volumique de phase doit être au moins égale à 30% avec un intervalle entre précipités d'environ 500 Å ; la phase précipitée doit être plus dure que la matrice pour forcer les dislocations à cisailier ou contourner les précipités, mais la ductilité doit être toutefois suffisante pour éviter la formation de chemin de rupture facile ; enfin, le désaccord paramétrique doit être faible, de l'ordre du pourcent, pour assurer une bonne stabilité du précipité et une interaction plus importante avec les dislocations. Toutes ces conditions, qui tendent à gêner le mouvement des dislocations, sont remplies par la phase γ' .

De manière générale, pour une fraction volumique donnée, la taille, la morphologie et la répartition des précipités, y compris les carbures, conditionnent les propriétés mécaniques : limite d'élasticité, limite à rupture, durcissement par écrouissage, tenue en fatigue et en fluage et vitesse de fissuration.

Les traitements thermiques dont les paramètres sont la température, la durée et la vitesse de refroidissement, affectent et modifient la microstructure, et c'est de cette dernière que dépendent les propriétés mécaniques.

5.1.3. Effet des éléments d'alliage

Déjà préalablement mentionné dans le paragraphe 5.1.1, l'effet des éléments d'alliage est regroupé dans le [Tableau 5.2](#).

Pour une teneur en titane donnée, les phases formées avec des proportions croissantes en aluminium sont : la phase η (Ni_3Ti) hexagonale, la phase cubique à face centrée L_{12} γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$), la phase cubique simple Ni_2AlTi ou la phase d'Heusler β ($\text{Ni}(\text{Al},\text{Ti})$) aussi cubique simple. Cependant presque toutes ces phases ont tendance à adopter une morphologie grossière et donc peu durcissante, voire au contraire fragilisante. Il est établi que la phase η grossit très rapidement et que la phase β ainsi que le mélange $\text{Ni}_2\text{AlTi} + \gamma'$ vieillissent normalement, c'est-à-dire trop rapidement pour un usage à long terme. Seule la phase γ' évolue très lentement et est, de loin, la phase la plus durcissante. C'est pourquoi il s'agit de la phase recherchée. [\[DUR03\]](#)

Élément	Effet
Nickel (Ni)	Base de l'alliage
Chrome (Cr)	Résistance à l'oxydation et à la corrosion à chaud, formation de carbures (M_{23}C_6)
Molybdène (Mo)	Élément renforçant par solution solide, formation de carbures (MC, M_6C)
Tungstène (W)	Élément renforçant par solution solide, formation de carbures (MC, M_{23}C_6)
Aluminium (Al) et Titane (Ti)	Formation de la phase γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$) renforçante par précipitation, Ti permet en outre la formation de carbure (MC)
Cobalt (Co)	Augmente la température de solvus de la phase γ' et le point de fusion de la matrice riche en nickel
Carbone (C)	Formation de différents carbures tels que MC et M_{23}C_6
Niobium (Nb)	Formation de carbure MC
Tantale (Ta)	Élément renforçant par solution solide, formation des carbures (MC)
Impuretés : Soufre (S), Phosphore (P) et Silicium (Si)	Fragilisent le matériau par ségrégation aux joints de grain

Tableau 5.2 – Effet des différents éléments d'alliage dans l'Inconel 738 élaboré par fonderie. [\[THA97\]](#)

5.1.4. Mise en solution, vieillissement et évolution de la microstructure

Afin d'obtenir les propriétés de l'Inconel 738 les plus adéquates pour des applications aéronautiques, deux traitements thermiques successifs sont, industriellement, effectués après la fabrication d'une pièce par fonderie.

Le premier traitement permet la remise en solution solide des éléments d'alliage un peu en dessous du solvus γ' . Il s'agit d'un traitement à $1120^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ pendant deux heures, sous vide ou sous argon, suivi par un refroidissement à l'air jusqu'à la température ambiante.

Le second est un revenu pour permettre une certaine précipitation de la phase γ' . Celui-ci s'effectue à $845^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ pendant 24 h, sous vide ou sous argon, suivi d'un refroidissement à l'air. Dans la suite, ce traitement sera appelé *vieillissement*, par traduction de l'anglais *ageing*, bien qu'il ne s'effectue pas en service.

Le refroidissement à l'air est généralement considéré comme un refroidissement rapide. Les traitements thermiques qui viennent d'être décrits constituent les standards internationaux. [MOS03]

5.1.4.1. Mise en solution de la phase γ' .

Le traitement standard de remise en solution à 1120°C ne permet de dissoudre qu'environ la moitié des précipités, en commençant par les plus petits, et laisse la plupart des îlots eutectique de phase γ' . Les précipités situés aux joints de grains sont ceux qui se dissolvent le plus difficilement. Ainsi, un traitement de remise en solution partielle laissera ces zones de phase γ' en l'état. Au refroidissement, les éléments remis en solution se réarrangent et précipitent sous forme de précipités secondaires sphériques.

Toutefois, il est possible, en faisant varier les paramètres du traitement de remise en solution, de contrôler, dans une certaine mesure, le taux et la distribution des précipités γ' . En effet, la mise en solution s'effectue de façon plus ou moins complète en fonction de la température et de la durée du traitement. Plus la température de mise en solution est élevée, et le temps de maintien long, plus le taux de précipités γ' est faible dans le matériau, à la température considérée, puisqu'une plus grande quantité d'atomes se retrouvera dissoute dans la matrice.

Après refroidissement à l'air, même si celui-ci est considéré comme rapide, la microstructure observée à température ambiante est différente de celle que l'alliage avait à la température de remise en solution. En effet, la structure n'est pas totalement figée : la précipitation de la phase γ' est *instantanée*, du fait de la forte sursaturation en soluté couplée à la cinétique rapide de précipitation de cette phase, trop rapide pour être évitée (faible énergie interfaciale γ/γ'). L'inconel 738 présentera toujours une certaine fraction volumique de précipités de phase durcissante, suite au traitement de remise en solution. Un refroidissement lent permet de former une plus grande quantité de phase durcissante γ' . À l'issue de ce traitement thermique, les précipités primaires de forme cuboïde et les secondaires de formes sphéroïdales sont déjà présents dans le matériau.

Avant d'effectuer ce traitement thermique sur une pièce, il est intéressant d'observer la microstructure obtenue suite à l'étape d'élaboration antérieure, souvent celle de fonderie. Du fait de la ségrégation, les joints de grains présentent une sursaturation en éléments précipitants plus importante que dans les zones inter-dendritiques. De ce fait, les précipités situés aux joints de grains sont les plus difficiles à dissoudre. La taille de grains détermine la quantité de joints de grains et l'intensité de la ségrégation. De petits grains indiquent un refroidissement rapide et les joints de grains n'ont pas eu le temps de développer une forte ségrégation. La remise en solution des précipités localisés au niveau de ces joints en sera facilitée.

Ainsi, pour un même temps de traitement, et pour atteindre un degré d'homogénéisation égal, la température de remise en solution nécessaire sera plus importante dans le cas de grosses dendrites, ou gros grains, que dans le cas de petites dendrites, ou petits grains.

Ce traitement de (re)mise en solution prépare le matériau au traitement de vieillissement qui donnera à l'alliage les caractéristiques mécaniques recherchées, par l'intermédiaire de la microstructure. Celle obtenue après vieillissement dépend fortement de

celle présente avant ledit vieillissement, qui est la plupart du temps celle issue du traitement de mise en solution ; la microstructure est fortement affectée par l'histoire thermique du matériau.

5.1.4.2. Revenu ou vieillissement de la phase γ'

Le traitement thermique de vieillissement a pour but d'optimiser la forme et la fraction volumique de phase γ' afin de conférer au matériau les propriétés mécaniques voulues. Il s'agit d'obtenir des précipités de stabilité suffisante pour un usage de longue durée en température et sous contraintes élevées. Le vieillissement intervient généralement, mais pas toujours, en complément d'un traitement thermique de mise en solution. Les traitements de vieillissement dont la température est comprise entre 800°C et 1050°C aboutissent à une forte précipitation. Une augmentation du taux de phase γ' améliore les propriétés mécaniques, dont la résistance au fluage, puisque les précipités font barrière au mouvement des dislocations et élèvent la dureté.

Le fait que le traitement de vieillissement s'effectue à une température voisine de celle que subit le matériau lorsque la pièce est en service, aboutit à une microstructure qui continue à évoluer. Elle est alors qualifiée de métastable. Les effets les plus visibles de l'endommagement du matériau incluent la croissance et la coalescence des précipités γ' , ainsi que la disparition des carbures MC qui engendrent des carbures $M_{23}C_6$ aux joints de grains. Le grossissement des précipités γ' , allant avec la réduction de leur espacement, est néfaste pour la tenue en fluage, donc pour la durée de vie du matériau en utilisation. Plus lente est la cinétique de coalescence, plus longue est la durée de vie.

La précipitation de la phase γ' s'effectue par germination homogène, suivie par un grossissement des précipités par mûrissement d'Ostwald notamment, avant finalement leur coalescence. Pendant cette dernière étape, qui n'a lieu qu'après le traitement de vieillissement, c'est-à-dire pendant l'usage du matériau en température, la fraction volumique de précipités reste constante. Dans les superalliages fortement sursaturés tels que l'Inconel 738, les étapes de germination et de grossissement sont très rapides. La germination peut avoir lieu dès l'étape de remise en solution. Le grossissement, qui peut commencer pendant le refroidissement de la remise en solution, se poursuit au vieillissement. Pendant le vieillissement, la taille moyenne des précipités γ' primaires (γ'_{I}) reste sensiblement constante tandis que celle des précipités secondaires (γ'_{II}) augmente, par augmentation de la fraction volumique. La vitesse de croissance est d'ailleurs dépendante de la température.

Ce n'est qu'une fois que la distribution de taille des précipités apparaît monomodale, bien après le vieillissement, que ceux-ci⁴⁰ coalescent et mûrissent. Encore une fois, dans cette étape, la fraction volumique de précipités reste constante, par définition. Les précipités coalescent par absorption des plus petits. La croissance s'effectuerait de manière proportionnelle à la racine cubique du temps. Une fois initiée, la coalescence arrondit les cuboïdes pour les rendre plus sphériques.

En effet, la force motrice de la croissance des précipités est la réduction de la déformation totale de désaccord paramétrique. Cela ne peut s'effectuer qu'une fois que les secondaires ont atteints une taille donc une surface comparable à celles des primaires. Pendant la coalescence, le vieillissement permet la modification de la composition de la matrice, ce qui promeut la diminution du désaccord, laquelle induit une sphéroïdisation des précipités.

Si le traitement de vieillissement standard s'effectue à 845°C, il est tout à fait possible de pratiquer un revenu au-dessus de cette température, vers le solvus des carbures $M_{23}C_6$, c'est-à-dire entre 1000°C et 1050°C, voire encore au-delà. Les évolutions de la dureté ainsi que de la fraction de précipités γ' formée après un traitement de 16h, en fonction de la température de vieillissement sont représentées sur la Figure 5.13. Les mesures ont été faites à température

⁴⁰ Ceux-ci fait référence à la fois aux précipités primaires et aux secondaires grossis.

ambiante. Les précipités γ' ont été extraits de manière électrolytique et les valeurs représentées ont été corrigées pour tenir compte des carbures.

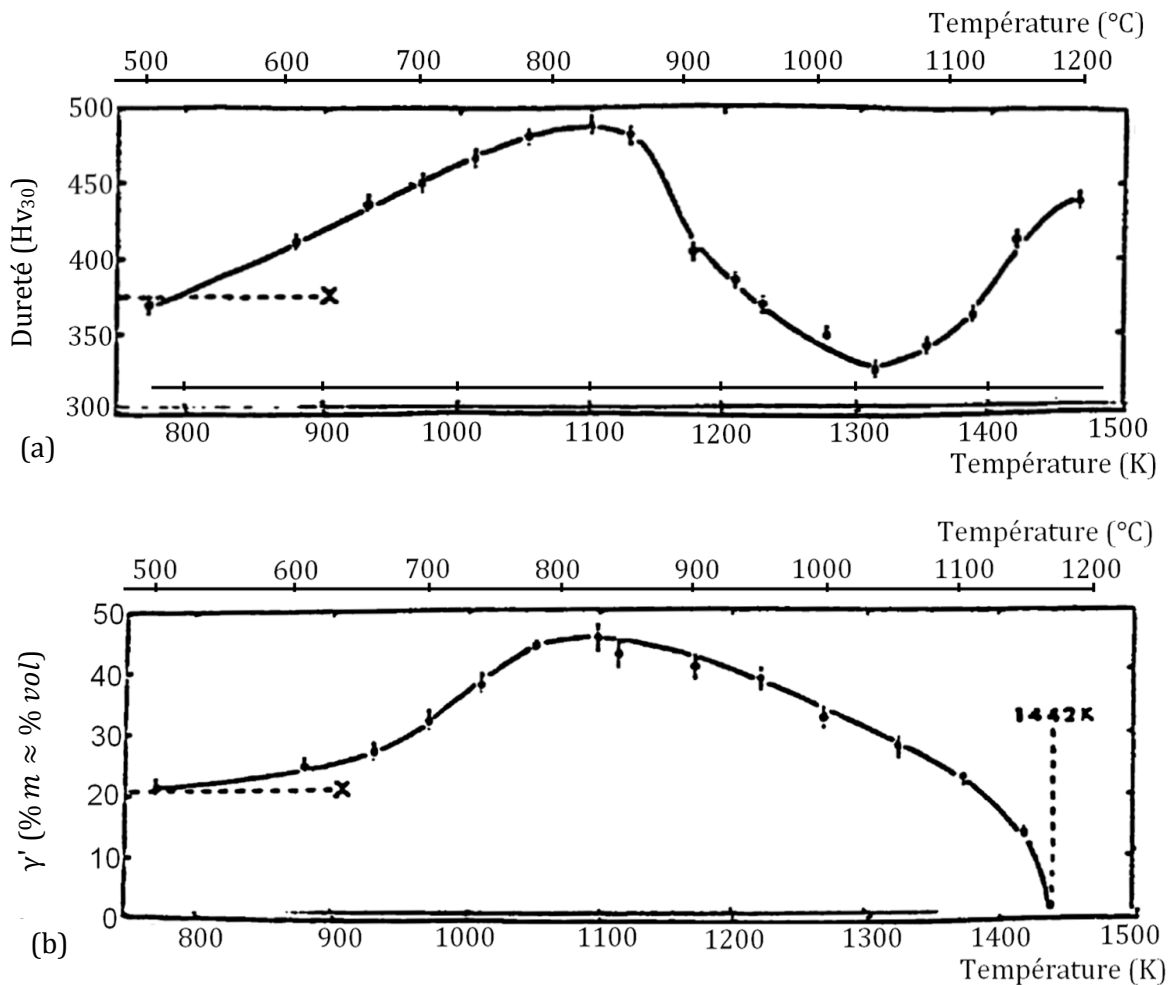


Figure 5.13 – Évolutions de (a) la dureté, (b) la fraction de précipités γ' , mesurées à température ambiante, après un traitement de vieillissement de 16h à différentes températures [THA97]. L'échelle des températures en degrés Celsius a été rajoutée. Les valeurs matérialisées par une croix représentent les valeurs obtenues à l'issue de la mise en solution.

Il apparaît qu'un vieillissement à 500°C n'a pas d'effet notable sur la microstructure. Au-delà de cette température, les deux graphes mettent en évidence trois zones de comportements différents.

La première zone, qui correspond à l'intervalle de température [500°C - 827°C], montre une augmentation du taux de phase γ' justifiant l'accroissement de dureté, jusqu'à un maximum à 827°C : Hv₃₀ = 485.

La deuxième zone est constituée par l'intervalle de température [827°C - 1045°C]. Le taux de phase γ' diminue, suite à une plus grande remise en solution des éléments, ce qui fait décroître le durcissement de la matrice jusqu'à 1045°C, où un minimum est atteint (Hv₃₀ ~ 350). Dans cette zone, la taille des précipités γ' primaires cuboïdes reste à peu près constante pendant le vieillissement.

Enfin, à partir de 1045°C, la dureté augmente pour atteindre un nouveau maximum à 1194°C plus bas que l'ancien : Hv₃₀ = 440. Or le taux de phase γ' continue de diminuer. L'évolution de la dureté s'expliquerait par la remise en solution des éléments durcissant dans la matrice associés à la précipitation de γ' très fins mais représentant une fraction volumique faible.

5.1.4.3. Phase γ' , traitements thermiques et micrographies

Ce paragraphe a pour but d'illustrer la précipitation de la phase γ' en fonction des températures de traitement, qu'il s'agisse de la mise en solution ou du vieillissement.

Deux températures ont été choisies par Danis [DAN08] pour le traitement de mise en solution : 1120°C et 1200°C, suivi d'un refroidissement à l'argon turbiné ; deux températures ont été choisies pour le traitement de vieillissement : 845°C et 1065°C. La méthode de refroidissement à l'issue du vieillissement n'est pas précisée. La durée des traitements est supposée être celle des standards, soient respectivement 2 heures et 24 heures.

La Figure 5.14 met bien en évidence que le choix des deux températures de traitements thermiques a une grande influence sur la précipitation.

Pour un même traitement de vieillissement, la température de mise en solution influence fortement la précipitation de γ' primaires : les microstructures (a) et (b), ainsi que (c) et (d) sont complètement différentes. Le vieillissement, suite à la mise en solution à 1120°C, donne une microstructure qui présente à la fois des précipités γ' primaires et secondaires. À l'opposé, la mise en solution à 1200°C aboutit à une microstructure qui présente essentiellement de petits précipités. À ce niveau, il est un point fondamental à relever : l'augmentation de la température de mise en solution augmente la sursaturation de la matrice en éléments précipitants. L'augmentation de la sursaturation impose, au refroidissement, une précipitation véritablement plus brusque qui n'aboutit qu'à l'existence de petits précipités répartis de manière homogène. Un refroidissement à l'eau produit une précipitation plus fine qu'un refroidissement à l'argon turbiné, mais la précipitation est bien présente. Les deux micrographies de droite de la Figure 5.14 traduisent bien le vieillissement d'une phase γ' finement précipitée.

Pour un même traitement de mise en solution, la température de vieillissement influence la taille des précipités. Comme attendu, l'augmentation de la température induit une taille de précipités plus importante, ainsi qu'une modification de la forme des précipités. La comparaison entre les micrographies (a) et (c) puis (b) et (d) montre une nette sphéroïdisation des précipités.

Des études sur un vieillissement long de l'Inconel 738 ont été menées par Moshtaghin et Asgari [MOS03], Yoshioka et coll. [YOS96] et Stevens et Flewitt [STE79].

La Figure 5.15 montre les microstructures qu'ont obtenues Moshtaghin et Asgari [MOS03] suite à une remise en solution standard et après un vieillissement de 3 000 heures à 850°C. Différents temps de vieillissement ont été étudiés entre ces deux extrêmes, mais les micrographies n'ont pas été reprises ici. Il apparaît clairement le mûrissement, voire la coalescence, des précipités secondaires ainsi qu'une sphéroïdisation des primaires. Yoshioka et coll. observent [YOS96], à la suite d'un traitement standard, un comportement similaire sur leurs échantillons vieillis. Après 24 000 heures de vieillissement à 850°C la totalité des précipités secondaires semble avoir disparu pour revêtir la morphologie de γ'_1 .

Yoshioka et coll. étudient [YOS96] également l'évolution de la taille des précipités en fonction de la température de vieillissement, à temps de traitement constant égal à 24 000 heures. Leurs observations sont identiques à celles de Danis : la coalescence est accélérée par la température, les précipités sont plus gros et plus sphériques après un vieillissement à 900°C qu'à 750°C.

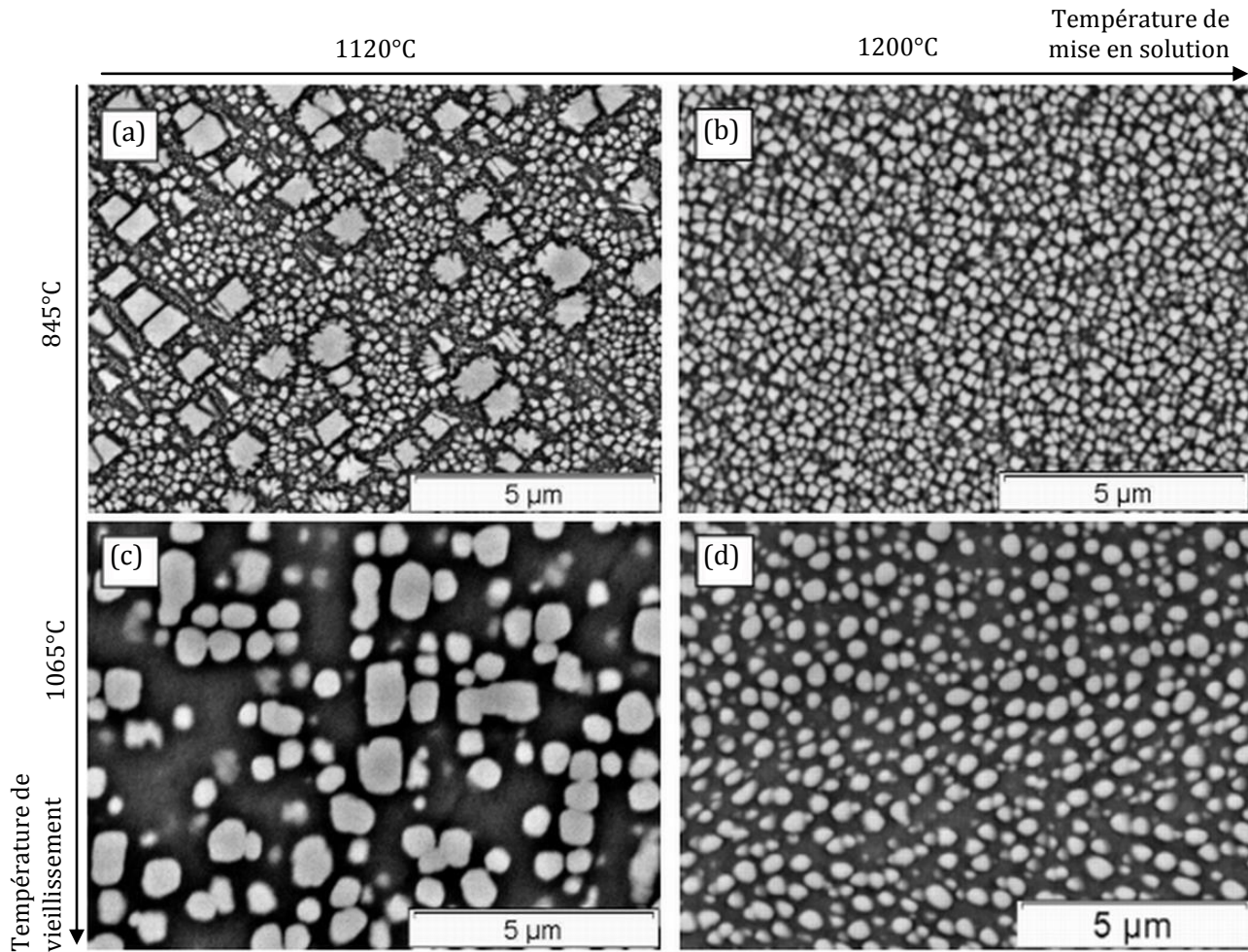


Figure 5.14 – Micrographies observées suite à différents traitements thermiques. Après le traitement de mise en solution, le refroidissement s'est fait à l'argon turbiné. La durée des traitements est supposée être respectivement 2 heures et 24 heures. Les températures de traitement sont : (a) 1120°C – 845°C, (b) 1200°C – 845°C, (c) 1120°C – 1065°C et (d) 1200°C – 1065°C. [DAN08]

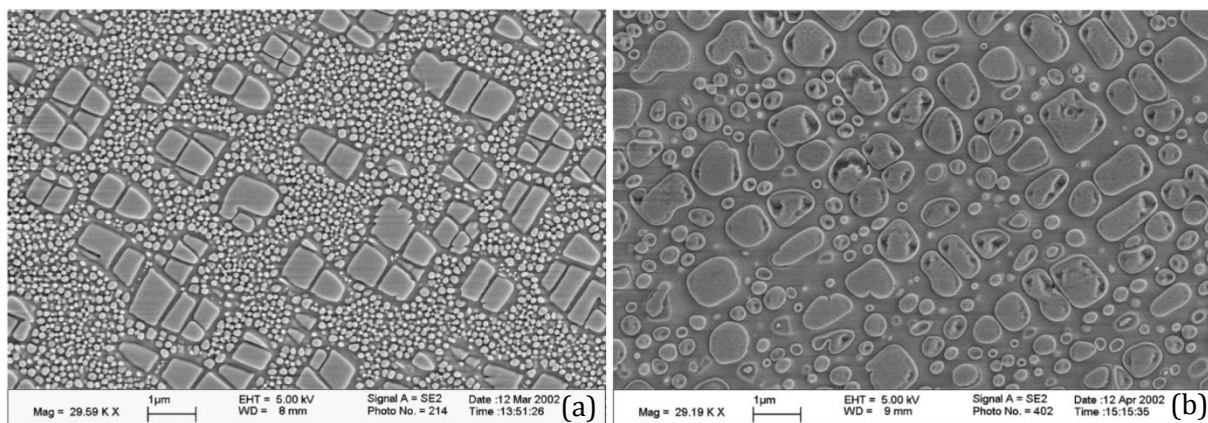


Figure 5.15 – Effet du vieillissement à 850°C sur la taille et la distribution des précipités γ' dans l'Inconel 738LC. (a) Mise en solution standard suivie d'un vieillissement standard, (b) traitement standard suivi d'un vieillissement de 3 000 heures. [MOS03]

Enfin, lors d'un essai de fluage, ces auteurs observent [YOS96] que la contrainte imposée de 98 MPa, modifie largement la morphologie des précipités à partir d'environ 7 500 heures. En effet, ceux-ci croissent de manière oblongue et prennent une forme très allongée dans le sens perpendiculaire à la direction de sollicitation. Ceci est souvent qualifié de mise en radeau.

5.1.4.4. Cinétique de coalescence des précipités γ'

Bien qu'il ait précédemment été mentionné que la croissance des précipités se faisait de manière proportionnelle à la racine cubique du temps, il semble que des précisions soient à apporter.

La coalescence de précipités est généralement due au phénomène appelé *mûrissement d'Ostwald*. Ce phénomène est parfois expliqué de manière simple et imagée comme suit : dans le matériau, c'est la loi de la jungle ; les gros précipités mangent les petits.

Ce phénomène a été développé de manière théorique et indépendante par Lifshitz et Slyozov, et Wagner. La théorie, souvent appelée théorie LSW, est formulée pour des particules sphériques fines, de faible fraction volumique et dispersées de telle sorte que la distance séparant les particules est supérieure à leur diamètre. Elle explique que la coalescence, contrôlée et limitée par la diffusion en volume, s'effectue selon l'équation :

$$d(t)^3 - d_0^3 = K t \quad (5.1)$$

avec $d(t)$ la taille moyenne des précipités primaires et secondaires au temps t du vieillissement, d_0 celle avant vieillissement et K une constante de proportionnalité reliée à l'énergie d'activation Q de la croissance des précipités, par l'intermédiaire de la température absolue T et la constante des gaz parfaits R , par la relation :

$$\ln(K^3 T) = \text{constante} - \frac{Q}{RT} \quad (5.2)$$

Dans le cas où la croissance est limitée par la réaction à l'interface précipités/matrice, l'exposant de l'équation (5.1) n'est pas 3 mais 2. [THA97]

Malgré le faible respect des hypothèses de la théorie LSW dans l'Inconel 738, Moshtahin et Asgari [MOS03] observent que l'évolution de la taille moyenne des précipités, pour laquelle les tailles des primaires et des secondaires sont prises en compte ensemble, est en accord avec cette théorie. En effet, le cube du rayon des particules évolue linéairement avec le temps jusqu'à 3 000 heures de vieillissement à 850°C. Lorsque seuls sont pris en compte les γ'_{II} , la croissance est plus lente et l'adéquation à la loi n'est plus vraie selon les résultats que ces auteurs obtiennent. Cependant les résultats de Stevens et Flewitt [STE79] montrent le respect de la loi pour une même température de vieillissement jusqu'à environ 2 000 heures. Ces auteurs rapportent une disparition totale des précipités γ'_{II} après ce vieillissement de 2 000 heures à 850°C. Or, les expériences de Moshtahin et Asgari montrent encore la présence de précipités après 3 000 heures. Ces derniers expliquent ces faits différents par la fraction volumique initiale de phase γ'_{II} . Celle de leur matériau était de 36% alors que celle du matériau de Steven et Flewitt était de 26%. Cette plus faible fraction est presque synonyme d'une distance entre précipités plus importante ce qui rapproche le système d'étude du respect des hypothèses du modèle LSW. Cependant la fraction est encore bien trop importante pour respecter rigoureusement ces conditions, et le respect de la loi de croissance ne peut réellement s'expliquer. La croissance plus lente observée par Moshtahin et Asgari résulterait des champs de déformation créés par la multitude de précipités qui ralentirait la progression des atomes diffusants.

Une conclusion qui peut être apportée à cette comparaison d'études, est que la fraction de précipités secondaires influence la vitesse de coalescence. Néanmoins cette affirmation entre en contradiction avec un des résultats de Stevens et Flewitt qui concluent dans leur étude [STE79] que cette même vitesse est, avant tout, indépendante de la fraction de précipité.

Yoshioka et coll. [YOS96] rapportent aussi un bon accord de la loi LSW pour la coalescence de précipités de 750°C à 900°C jusqu'à 25 000 heures. Toutefois, le faible nombre de points présents pour la linéarisation, souvent trois dont l'origine, est assez faible pour pouvoir vraiment conclure.

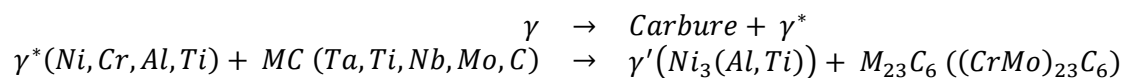
Moshtahin et Asgari [MOS03] ont déterminé, expérimentalement, que la constante K des équations (5.1) et (5.2) valait $5,4 \cdot 10^{-28} \text{ m}^3/\text{s}$ pour la coalescence de l'ensemble {précipités γ'_I et γ'_{II} }. Stevens et Flewitt [STE79] ont, quand à eux, déterminé expérimentalement l'énergie d'activation de la diffusion des éléments de la phase γ' dans l'inconel 738, à 269 kJ/mol. Ils concluent que cette valeur est cohérente avec les énergies d'activation de la diffusion des éléments aluminium et titane dans le nickel, respectivement de 270 kJ/mol et 257 kJ/mol, et que l'énergie est proche de celle observée dans un autre superalliage à base nickel, l'Udimet 700, où elle égale à 270 kJ/mol. Takhur obtient environ 241 kJ/mol. [THA97]

5.1.4.5. Comportement des carbures

Comme déjà annoncé précédemment, l'alliage brut de fonderie possède des carbures de type MC. Leur taille plutôt grossière ne leur permet généralement pas de participer à la résistance de la matrice lorsqu'ils sont dans un état dispersé. La taille de ces carbures est importante puisqu'une réduction de celle-ci et du volume permet de diminuer la quantité de carbures pré-craqués, lesquels sont des sites potentiels d'initiation de fissure.

Les carbures de type $M_{23}C_6$ sont généralement très peu présents à l'état brut de fonderie. Avec leur solvus entre 1000°C et 1050°C, ils se retrouvent dissous dans la matrice après le traitement de remise en solution. Ils (re)précipitent pendant un traitement à une température plus basse, par exemple pendant le traitement de vieillissement.

Ce dernier induit aussi une dégénérescence des carbures primaires MC. Bien que leur solvus soit bien au dessus de 1200°C, les particules dégénèrent invariablement pendant le vieillissement, suivant les réactions suivantes :



Ces réactions permettent de déterminer que la germination et la croissance en grand nombre de carbures $M_{23}C_6$ aux joints de grains consomme, au voisinage immédiat, le chrome et le molybdène de la matrice. Le taux de supersaturation diminue, ce qui cause la dissolution des précipités γ' primaires dans cette région. Malgré le manque de précipité γ' en bordure des joints de grains, ceux présents à l'intérieur des joints de grains ne sont pas dissous. Ceci s'expliquerait par une température de solvus des précipités γ' primaires, secondaires, et aux joints de grains bien différentes, puisque la composition chimique et donc le taux de solubilité diffèrent nettement.

La dégénérescence des carbures MC fournit un supplément de carbone libre à la matrice, qui favorise la précipitation des $M_{23}C_6$. Cela mène, après un sur-vieillissement, à la formation d'un film continu de carbure le long des joints de grains. S'il y a une sursaturation en carbone, alors les carbures aux joints de grains sont plutôt cellulaires, et continus, par nature.

Pour des vieillissements à des températures entre 950°C et 1025°C, les carbures $M_{23}C_6$ tendent à former plutôt des globules.

Ces carbures secondaires $M_{23}C_6$ sont connus pour avoir des effets différents sur les propriétés mécaniques, suivant leur taille, leur morphologie et leur distribution.

S'ils sont sous forme de particules discrètes, ils permettent d'améliorer la durée de vie en fluage et la ductilité du matériau en entravant la germination et la croissance de cavités. Ceci se fait grâce à la désactivation des sites de nucléation, l'augmentation de la distance entre ces sites et la suppression du glissement des joints de grains puisque la vitesse de diffusion dans ces derniers est réduite.

En revanche, la présence d'un réseau continu ou important de carbures $M_{23}C_6$ aux joints de grains peut faciliter le glissement de ceux-ci et la propagation des fissures par décohesion

avec la matrice. De plus, un tel réseau constitue un sérieux inconvénient lors d'une tentative de rénovation de la microstructure. Ceci provient du fait que les carbures primaires MC qui ont dégénéré ne peuvent reprécipiter dans leur forme originale. Toute tentative de reprécipitation du carbone libre sous forme de carbure MC aboutira à une fine dispersion. Or la diminution de la taille des carbures MC favorise, pour des raisons cinétiques, la formation d'un film de carbures $M_{23}C_6$ aux joints de grains, plutôt que des précipités globulaires. Avec des petites particules de MC finement dispersées, la surface par unité de volume est plus importante et la distance qu'un atome de carbone a à parcourir par diffusion, pour atteindre le bord d'un grain, est plus petite que dans le cas de particules grossières et largement dispersées. Ces deux facteurs tendent à accélérer la transformation $MC \rightarrow M_{23}C_6$. La dégénérescence des carbures MC reprécipités s'effectue à une vitesse plus importante que lorsque l'alliage n'avait subi pour seul traitement qu'une remise en solution, et tend, invariablement, vers la création d'un réseau de carbures $M_{23}C_6$.

Ainsi les carbures ont aussi un rôle important dans la recherche de l'optimum des propriétés mécaniques et le taux de carbone contenu dans l'alliage est un paramètre très important pour déterminer la quantité de carbures. [\[THA97\]](#)

5.2. LA FISSURATION DE L'INCONEL 738

Tout procédé de soudage implique un chauffage de la matière de manière rapide, jusqu'à la fusion du matériau. Le refroidissement qui s'en suit se déroule de manière tout aussi prompt. C'est ce qui se passe, par exemple, lors du soudage *TIG* (*tungsten inert gas*), qui est un procédé de soudage à l'arc avec une électrode non fusible. Il s'agit d'ailleurs du procédé le plus largement employé pour le soudage des superalliages, car il permet l'obtention de soudures propres. Le procédé de fusion sélective par laser présente de fortes similitudes avec le soudage : la fusion et le refroidissement s'effectuent tous deux localement et dans des conditions loin de l'équilibre thermodynamique. Puisque le soudage, *TIG* ou laser, induit la fissuration de l'Inconel 738, il est *a priori* légitime de penser que cette fissuration peut aussi avoir lieu lors de la fabrication par *SLM*.

De manière générale, les phénomènes de fissuration peuvent être classés en deux catégories suivant la température à laquelle ils sont observés. La fissuration à chaud regroupe les phénomènes impliquant la formation d'une phase liquide, si la température locale le permet, et ceux intervenant en phase solide. En ce qui concerne la fissuration à froid, seuls les aciers autotrempants y sont sensibles ; le phénomène ne sera donc pas développé. Une étude de la fissuration au soudage permettra d'amener des réponses quant aux raisons de son occurrence et aux moyens existants de s'en prémunir pendant la fabrication par *SLM*.

5.2.1. La fissuration à chaud faisant intervenir une phase liquide

Lors du soudage, deux types de fissuration à chaud faisant intervenir une phase liquide peuvent avoir lieu : la fissuration survenant en fin de solidification et celle engendrée par la liquation. Une soudure peut être décomposée généralement en quatre zones distinctes, caractérisées par leur distance à la source de chaleur.

Au centre de la soudure, localisée au niveau de l'apport énergétique, se trouve le bain en fusion, aussi appelé zone fondue (ZF). La température y est supérieure à la température de liquidus de l'alliage. Une fois que cette zone a refroidi, elle prend la dénomination de zone refondue (ZR) bien que la dénomination ZF soit souvent conservée. C'est dans cette zone que la fissuration intervient.

Contigüe au bain de fusion, se situe une zone fortement chauffée par le passage de la source énergétique. Dans cette zone, le solide est partiellement passé à l'état liquide. Il s'agit de la zone partiellement fondue (ZPF). Cette zone héberge la liquation. La température qui y règne est, au moins localement, inférieure à celle du liquidus de l'alliage et supérieure au solidus ou à la température eutectique. La notion de solidus dépend de l'homogénéité de l'alliage.

Adjacente à cette deuxième zone, se situe la zone affectée thermiquement (ZAT), où la température est suffisamment élevée pour engendrer des transformations à l'état solide tout en étant suffisamment faible et supportant un transfert de chaleur suffisamment rapide pour éviter l'apparition de toute phase liquide. Dans l'Inconel 738, le traitement thermique induit par l'augmentation de température favorise fortement la dissolution des précipités γ' , ce qui permet de mesurer son étendue. Suivant les lectures, et les auteurs, la ZPF est incluse dans la notion de ZAT, et la différenciation n'est pas faite. Il est à noter que, à l'issue d'une opération de soudage qui forme des cordons larges, ces deux zones sont macroscopiques et facilement observables. Au contraire, après fusion sélective par laser, la taille des cordons et la vitesse de trempe de l'alliage produit une ZPF+ZAT dont la largeur n'est guère supérieure à quelques microns.

Enfin, loin du centre de la soudure, il y a le métal de base qui n'a subi aucune transformation.

5.2.1.1. Fissuration lors de la solidification de l'alliage en fusion

Les fissures dites de solidification et situées uniquement dans la zone refondue, suivent généralement la direction du front de solidification, donc celle de la source de chaleur.

L'observation fréquente d'une morphologie dendritique sur la surface de fracture suggère que la fissuration apparaît vers la fin de la solidification, lorsqu'il ne reste plus qu'un fin film liquide entre les grains. C'est à ce moment, du fait des contraintes présentes dans la zone refondue, que la fissuration a lieu ; les fissures se forment exclusivement aux joints de grains du fait d'un manque d'apport de liquide.

Lorsque la fraction liquide s'abaisse, les contraintes augmentent et la capacité du matériau partiellement liquide à se déformer diminue. C'est en général en dessous de 10 % de phase liquide que le matériau devient le plus fragile, la guérison d'une fissure par apport de liquide pour la remplir devient impossible.

L'apparition de ce type de fissure est directement reliée à l'intervalle de solidification qui dépend des éléments rejetés dans le liquide [NEM12]. Plus l'intervalle est important et plus la fraction solide développera de contraintes thermiques avant que la fraction liquide ne se solidifie. Certains éléments qui allongent l'intervalle sont à éviter comme C, B, S et Zr.

Après soudage, aucune occurrence de ce genre de fissure n'apparaît dans la littérature pour l'Inconel 738. Seules des fissures situées au-delà de la zone refondue sont observées.

5.2.1.2. Fissuration par liquation

Liquation : « (pattinsonage) (lat. *liquatio* : fusion) [Métall] : Opération qui consiste à faire fondre des composés ou des alliages métalliques, afin que les éléments qui les constituent, entrant en fusion à des degrés divers de température, se séparent les uns des autres. » [QUI39]

« (lat. *liquatio*, fonte ; *liquare*, fondre) Séparation d'un solide à partir d'un mélange liquéfié dont il n'est qu'un des constituants. || Procédé métallurgique consistant à séparer deux corps qui peuvent être des métaux purs, des produits intermédiaires ou des impuretés, l'un au moins des corps étant à l'état fondu, le corps resté à l'état solide étant séparé soit par filtration, soit par décantation (Syn. Pattinsonage). || Défaut qui se produit dans les lingots d'alliage renfermant des éléments à point de fusion assez différents. » [LAR66]

« Opération consistant à séparer, par une chaleur douce, un métal très fusible d'un autre qui l'est beaucoup moins, avec lequel il est allié. » [ACA92]

Liquater [likwate] : v. tr. Soumettre à la liquation [LAR66]

À l'origine du terme de liquation il y avait le procédé de pattinsonage, c'est-à-dire le procédé de séparation de l'argent contenu dans le cuivre à l'aide de plomb. Le Littré en ligne le définit comme un « moyen d'utiliser les plombs les plus pauvres en argent, fondé sur ce fait qu'un bain de plomb argentifère fondu, agité avec une cuiller, se sépare en deux parties, l'une mousseuse, cristalline, qui retient une grande partie de l'argent, l'autre qui reste liquide et s'appauvrit de plus en plus en argent. »

Actuellement la liquation désigne surtout le phénomène de fusion d'une hétérogénéité chimique au sein d'un alliage, ou le défaut résultant.

Ces définitions permettent de souligner le fait que le procédé tend à faire apparaître une phase liquide parmi une ou plusieurs phases solides. Si, lors de l'opération de pattinsonage, la fusion partielle est vivement souhaitée, ce n'est pas le cas lors du soudage. En corollaire, la fissuration par liquation intervient toujours en présence d'une phase liquide !

D'aucuns se questionneront alors, et ce de manière justifiée, sur la différence avec la fissuration en fin de solidification. Il est important de préciser qu'il ne s'agit pas que d'une question de localisation dans la soudure. Les raisons qui mènent à cette fissuration sont de natures différentes. La fissuration en fin de solidification est essentiellement le résultat du développement de contraintes thermiques pendant le refroidissement ; la fissuration par liquation est principalement le fruit de l'existence d'hétérogénéités chimiques au sein de l'alliage associée au développement de contraintes thermiques mais aussi mécaniques.

5.2.1.2.1. *Le phénomène de ségrégation*

Afin de bien appréhender le phénomène de liquation, il est important de comprendre, de manière physique, celui de la ségrégation qui a déjà été mentionné maintes fois⁴¹.

Lorsqu'un alliage est en fusion, du fait de la convection et de la diffusion possible des éléments, il peut être macroscopiquement considéré comme homogène en termes de composition. Lors de son refroidissement, la solidification commence par la formation de germes solides. Ceux-ci constituent un réseau cristallin. Seuls les éléments suffisamment solubles pour être pris au piège dans la structure cristalline sont assimilés pendant la croissance du germe. Les autres éléments, ceux qui sont donc peu solubles, sont laissés dans le liquide à mesure que le front de solidification avance : ils sont ségrégés. Lorsque l'interface solide/liquide est à l'équilibre, celui-ci est continuellement modifié du fait de l'enrichissement en soluté, Al et Ti par exemple, ce qui conduit à la création d'un gradient de concentration, ou de phase secondaire comme MC, entre le cœur de la dendrite et le liquide qui se solidifie. La diffusion ne permet guère de diminuer ce gradient, puisque les vitesses en phase solide sont extrêmement faibles, généralement bien inférieures à celle du refroidissement.

Lorsque les fronts de solidification de deux ou trois réseaux cristallins dendritiques, rarement plus, se rencontrent presque et ne sont séparés que par un film liquide, celui-ci se voit finalement obligé de se solidifier, puisque la température continue à décroître. Il forme, par là même, le joint de grains. Dans le film liquide, la concentration de certains éléments peut être telle qu'elle induit la précipitation d'une nouvelle phase. Une certaine précipitation peut aussi avoir lieu en amont du joint de grains lorsque la limite de solubilité d'éléments est atteinte dans le liquide. Dans ce cas, les précipités ainsi formés peuvent être poussés par la phase liquide jusqu'aux espaces inter-dendritiques. En outre la solidification du bord du grain se fait à une température inférieure à la température du cœur ce qui peut amener l'alliage à la formation de phases eutectiques.

Le glaçon de table est un exemple pratique pour l'observation de ce phénomène. Lorsque de l'eau est mise dans un bac à glaçons puis mise dans un congélateur, elle refroidit. La solidification s'effectue d'abord par l'extérieur du volume d'eau, c'est-à-dire par les interfaces air/eau et polymère/eau, puis progresse vers le centre. Les molécules d'eau s'arrangent entre elles et cristallisent grâce aux liaisons hydrogène, en rejetant les molécules étrangères. Les impuretés sont rejetées dans le liquide, et notamment les gaz qui y sont dissous, comme l'azote et l'oxygène. Ceux-ci sont repoussés vers le centre du glaçon, seul endroit qui n'est pas encore solidifié. Une fois que l'eau s'est entièrement transformée en glace, les gaz, toujours présents, apparaissent sous forme de bulles blanches dans la glace.

5.2.1.2.2. *Les mécanismes de liquation*

Kou et Savage décrivent un certain nombre de mécanismes qui mènent à l'apparition d'une phase liquide pendant le chauffage d'un alliage. Ceux-ci sont décrits dans la suite, d'après [KOU02] [FAV09]. Les diagrammes de phase représentés depuis la Figure 5.17 jusqu'à la Figure 5.20 permettent d'illustrer les mécanismes présentés. Ces diagrammes sont basés sur celui de la Figure 5.16, et ont été volontairement allégés pour mettre en exergue le chemin de liquation.

⁴¹ Il s'agit là de la ségrégation mineure, ou microségrégation, qui apparaît au sein d'un grain. L'autre type de ségrégation, dite majeure ou macroségrégation, est observé dans l'ensemble d'une pièce et n'a qu'un rapport lointain avec la liquation.

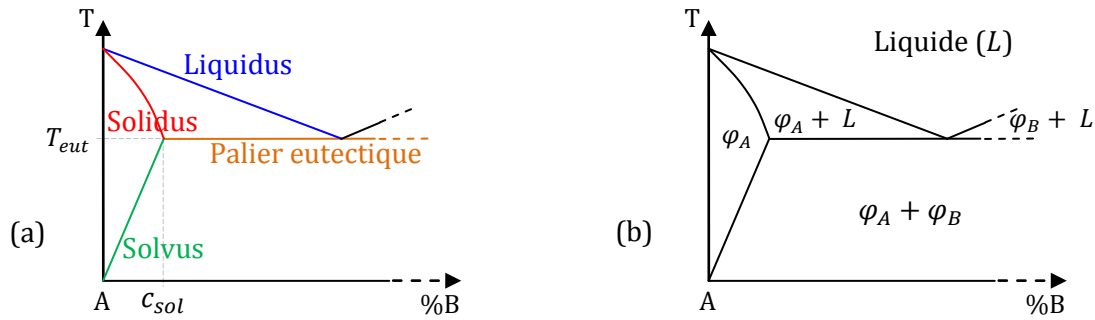


Figure 5.16 – Diagramme de phase simple représentant une réaction eutectique $\varphi_A + \varphi_B \rightarrow L$ à la température eutectique T_{eut} . La valeur c_{sol} est la limite de solubilité de l'élément ou du composé B à cette température. (a) Dénomination des différentes branches du diagramme, (b) Domaines d'existence des différentes phases.

Mécanisme 1 – Réaction d'un intermétallique avec la matrice

Lorsque la teneur de B dans une solution solide de A est supérieure à sa limite de solubilité (c_{sol}) ou lorsque la solidification a induit une certaine microségrégation, la phase intermétallique φ_B est présente à température ambiante, sous forme de précipités. Lorsque la température augmente et atteint la température eutectique, ces précipités réagissent avec la matrice φ_A pour former du liquide eutectique.

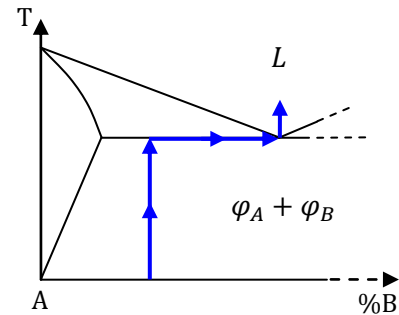


Figure 5.17 – Représentation du mécanisme 1 de liquation

Mécanisme 2 – Fusion de l'eutectique interdendritique

Si le premier refroidissement de l'alliage a induit une microségrégation et la formation de composées eutectiques (de composition c_{eut}), ceux-ci vont, lors d'un chauffage ultérieur, fondre à la température eutectique et former du liquide eutectique. Celui-ci se situera aux joints de grains et formera un film liquide entre les grains.

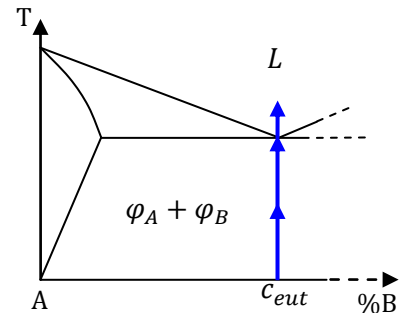


Figure 5.18 – Représentation du mécanisme 2 de liquation

Mécanisme 3 – Liquefaction constitutionnelle

Lorsque qu'un élément B est présent avec une teneur telle qu'il est parfaitement soluble dans la matrice à la température eutectique mais qu'il se présente sous forme d'une phase φ_B à température ambiante, alors le réchauffage peut mener à deux effets différents. Si celui-ci est lent, alors les précipités intermétalliques ont le temps de se dissoudre dans la matrice au passage du solvus. Le chemin thermodynamique est suivi et la liquation intervient par le mécanisme 5. Par contre, si le chauffage se fait de manière rapide, ce qui est le cas pendant le soudage, le système n'est plus à l'équilibre thermodynamique mais soumis aux effets de la cinétique. Les précipités n'ont pas le temps de se dissoudre entièrement et, une fois la température eutectique atteinte, les parties de précipités restantes vont réagir avec la matrice φ_A pour former du liquide : c'est la liquation constitutionnelle.

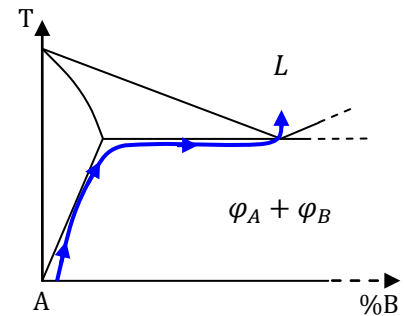


Figure 5.19 – Représentation de la liquation constitutionnelle

Mécanisme 4 – Réaction de l'eutectique résiduel avec la matrice

Ce mécanisme est équivalent au mécanisme 3, mais appliqué non plus à un composé intermétallique mais à un eutectique qui se forme pour une composition inférieure à la limite de solubilité et qui est encore présent dans la matrice au-delà du solvus. Cela n'est possible que si le chauffage est très rapide, donc le système hors équilibre.

Mécanisme 5 – Fusion de la matrice

Lorsqu'un alliage, dont la teneur en soluté B est inférieure à la limite de solubilité dans la matrice à la température eutectique, est chauffé lentement et suit l'équilibre thermodynamique, il atteint le domaine biphasé liquide + solide, conformément à son diagramme de phase.

Comme les joints de grains ont une énergie interfaciale importante, ils constituent le premier lieu d'apparition du liquide. Celui-ci peut même apparaître en dessous de la température de solidus, surtout si l'énergie interfaciale des joints de grains γ_{jg} est supérieure à deux fois l'énergie interfaciale solide/liquide γ_{sl} : $\gamma_{jg} > 2 \gamma_{sl}$.

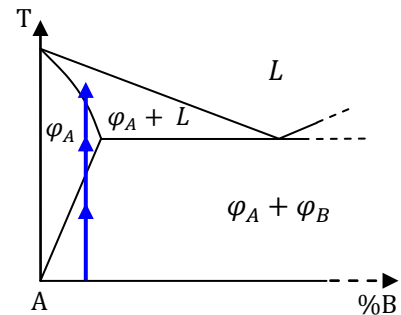


Figure 5.20 – Représentation du mécanisme 5 de liquation

Mécanisme 6 – Liquation induite par la ségrégation

Ce mécanisme est le résultat de la création de composés à bas point de fusion lors de la ségrégation qui s'effectue à la solidification primaire. Souvent formés aux joints de grains, ils fondent les premiers, dès que la température est suffisamment élevée, et forment un film liquide aux joints de grains. La liquation peut avoir lieu jusqu'à quelques centaines de degrés en dessous de la température de solidus de l'alliage.

Le **Tableau 5.3** regroupe les conditions d'occurrence des six différents mécanismes avec la vitesse de chauffe et la concentration des phases secondaires par rapport à la limite de solubilité à la température eutectique.

Mécanisme	Condition sur la vitesse de chauffe	Concentration c
1	Aucune	$c > c_{sol}$
2	Aucune	$c > c_{sol}$
3	Rapide : système hors équilibre thermodynamique	$c < c_{sol}$
4	Rapide : système hors équilibre thermodynamique	$c < c_{sol}$
5	Lente : système à l'équilibre thermodynamique	$c < c_{sol}$
6	Suffisamment rapide pour éviter l'homogénéisation	-

Tableau 5.3– *Tableau représentant les conditions d'occurrence des six différents mécanismes de liquation. La valeur c_{sol} représente la limite de solubilité d'une phase secondaire (précipitée) à la température eutectique.*

5.2.1.2.3. La fissuration par liquation : apparition

La liquation est une condition nécessaire à l'apparition de fissures, mais elle n'est pas suffisante. La liquation, seule, ne mène généralement pas à une dégradation physique de la matière. La fissure ne peut se former que si le matériau est, en plus, sous contraintes. Celles-ci apparaissent lors du chauffage ou du refroidissement de la matière.

De même que pour la fissuration lors de la solidification depuis la fusion, les grains entourés d'une phase liquide sont soumis à des contraintes thermiques, qui sont de compression ou de traction suivant la position du grain dans la soudure et son degré de refroidissement. Dans les alliages classiques qui se contractent en refroidissant, l'état de contrainte de la ZPF est une traction orientée selon la direction de soudage, qui est formé par le gradient thermique normal à la direction d'avance de la soudure. Ceci est représenté sur la **Figure 5.21**. Ces contraintes de traction vont avoir pour conséquence d'accroître l'écart entre les grains et ainsi rendre possible la formation de fissures par manque de matière.

Lors du refroidissement du soudage, la fissuration peut donc apparaître de manière intergranulaire et démarrer à l'interface avec la zone refondue pour se propager dans la direction normale à celle de la soudure, vers le métal de base.

Les contraintes peuvent aussi s'intensifier par la précipitation de phase(s) durcissante(s) comme la phase γ' dans l'Inconel 738 qui rigidifie la matrice γ . Sa ductilité est alors fortement réduite et, par là même, sa capacité à se déformer plastiquement pour accommoder une éventuelle déformation ou une formation de fissure due au retrait naturel.

Les superalliages qui sont durcis par précipitation importante de phase γ' , dont la fraction massique en élément Ti et Al est au total supérieure à 6 % en masse sont d'ailleurs considérés comme difficilement soudables puisqu'ils ont tendance à former des microfissures en ZPF. La **Figure 5.22** représente la difficulté de soudabilité de certains superalliages en fonction de leurs taux de titane et d'aluminium.

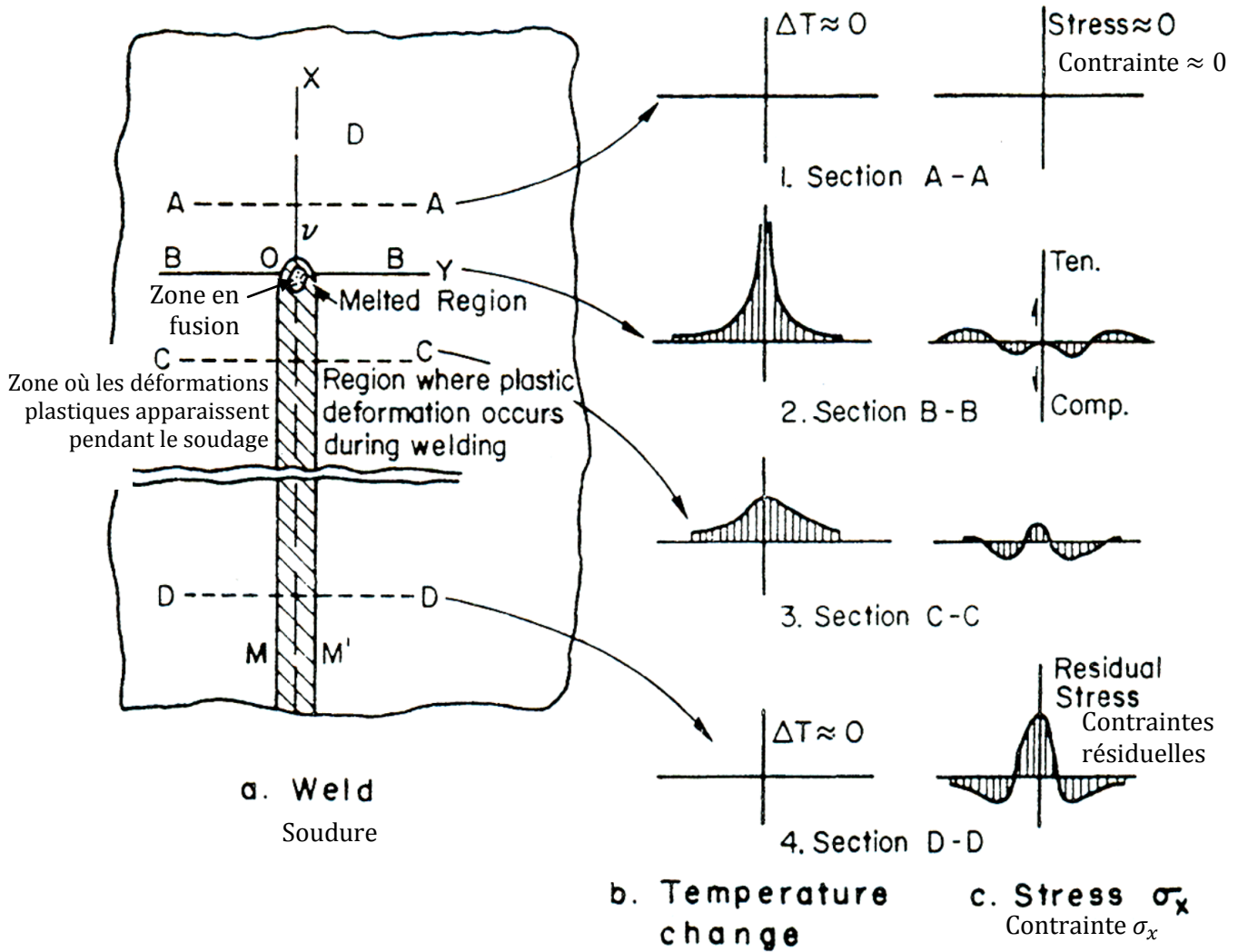


Figure 5.21 – Représentation schématique des variations de température et des contraintes thermiques associées pendant une opération de soudage. [KOU87]

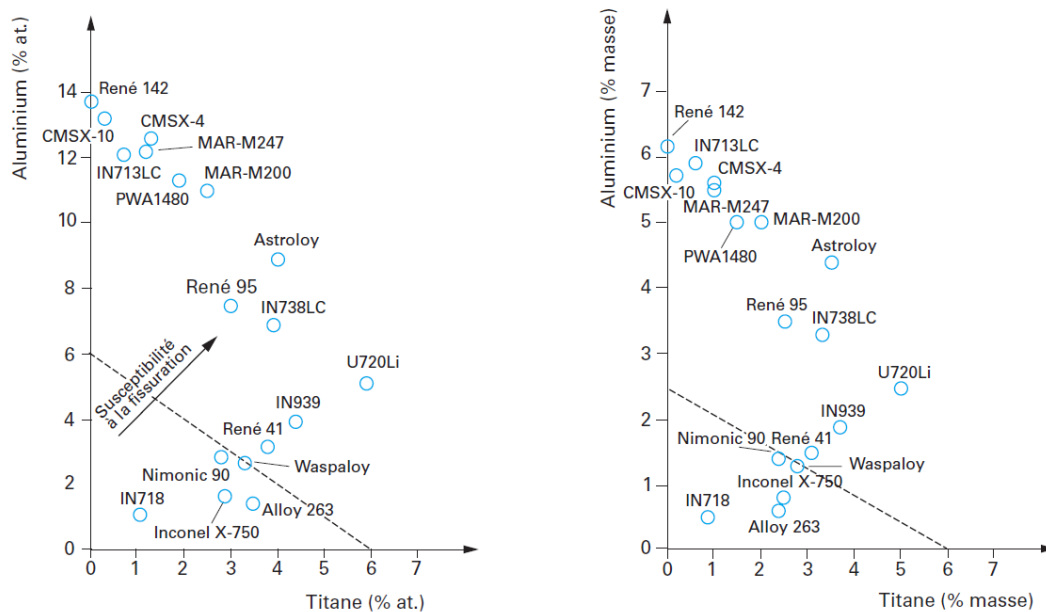


Figure 5.22 – Diagramme de sensibilité à la fissuration au soudage en fonction des fractions de titane et d'aluminium dans les superalliages. [FER07]

En outre, lorsque le procédé de soudage nécessite un matériau d'apport, celui-ci doit être choisi de manière à ce que la ZPF se solidifie avant la zone refondue, sinon, cette dernière se présentera comme un élément fixe et non déformable pour la ZPF, ce qui la mettra sous contrainte, en tension. [KOU03]

5.2.1.2.4. La fissuration par liquation : prévention

La susceptibilité à la fissuration dépend de l'état de microségrégation et de la température atteinte par la matière, lors du passage de la source chaude, qui influencent le degré de liquation ainsi que la vitesse de refroidissement et les gradients thermiques qui gouvernent à la fois l'intensité des contraintes et les cinétiques de précipitation et de dissolution des précipités, notamment ceux de phase γ' dans l'Inconel 738.

Ainsi, toute modification du matériau, du procédé ou des étapes antérieures, qui limite la taille de la ZPF, l'occurrence de la liquation ou l'intensité voire la présence des contraintes, ne peut qu'aller dans le sens d'une limitation de la fissuration. Parmi les facteurs de modifications possibles, il peut être cité [KOU02] [FAV09] :

- *La ségrégation.* Celle-ci augmente fortement la sensibilité à la fissuration et les matériaux issus de la fonderie y sont particulièrement sujets. Toute réduction de ce phénomène, et donc de la précipitation de phases nocives est bénéfique.
- *La taille de grains.* De gros grains sont plus néfastes car la ZPF est moins ductile. En outre, pour un même volume, la quantité de joints de grains est plus faible lorsque les grains sont gros, donc la ségrégation y est plus concentrée, y compris les précipités à bas point de fusion. L'effet de la taille de grain a été observé dans l'Inconel 718.
- *La forme géométrique des grains.* Un allongement dans le sens normal au sens de propagation des fissures limiteront celles-ci.
- *L'apport de chaleur.* Plus il est important, plus la ZPF est grande. Il est alors conseillé d'user de stratagème permettant la réduction de l'apport de chaleur, soit en soudant par plusieurs passes, soit en utilisant des procédé qui mettent en jeu des densités énergétiques faibles tels de le soudage *TIG* ou celui par faisceau d'électrons. Cela a aussi pour effet de limiter les gradients thermiques et donc l'apparition de contraintes résiduelles.
- *Le coefficient d'expansion thermique.* Celui du métal de base déterminera en grande partie le niveau de contrainte. Plus la contraction sera importante, et plus le matériau sera susceptible de fissurer. Le coefficient du métal d'apport, lorsqu'il y en a, est à adapter au métal à souder pour éviter que la zone refondue ne se solidifie avant la ZPF et ne lui applique une contrainte de traction supplémentaire.
- *La présence d'éléments de bridage.* Lorsqu'il y en a, ceux-ci empêchent la déformation de l'alliage au niveau de la soudure et sont donc dommageables pour la prévention des fissures. Moins il y en a et mieux le matériau réagira. Il est à noter que pour une pièce massive, le métal froid joue comme élément de bridage. Il en est de même d'une zone refondue si elle se solidifie avant la ZPF.
- *L'intervalle de solidification.* Plus il est petit, c'est-à-dire qu'il couvre une gamme réduite de température, et moins la liquation risque de se produire. La présence de phosphore et de soufre dans les aciers, même en très faible quantité, peut augmenter significativement l'intervalle de solidification en formant des particules à bas point de fusion. Toutefois ces éléments fragilisent le matériau par ségrégation. Dans les superalliages à base nickel, il s'agit surtout du carbone et du bore qui favorisent la précipitation de phases à bas point de fusion.

5.2.1.2.5. L'Inconel 738 et la fissuration par liquation

L'Inconel 738, issu de fonderie, est sujet à la ségrégation. En prenant en compte le fait que la microstructure révèle, dans les espaces interdendritiques, des hétérogénéités chimiques, l'apparition d'une certaine forme de liquation est tout à fait pertinente. Ces hétérogénéités sont représentées par les pavés eutectiques, par les carbures MC, $M_{23}C_6$ ou encore M_2C ainsi que par les éventuels borures MB. Il a été observé que ces composés participaient à la liquation, notamment par le fait que leur température de fusion pouvait être basse.

Toutefois, ces composés ne sont présents qu'en faible proportion. Certains chercheurs se sont alors intéressés aux précipités de phase durcissantes γ' , qui sont bien plus nombreux et qui pourraient fortement participer à la fissuration. [CHA07] [DAN08] [DIN06] [EGB10] [OJa04] [Ojb04] [OJO05] [OJO07]

Pendant le chauffage de l'inconel 738, les précipités γ' se dissolvent dans la matrice à mesure que la température augmente, à partir de 950°C [DAN08]. Lorsque l'augmentation de température se fait de manière très rapide, comme dans le cas du soudage ou du passage d'un laser, il est possible que les précipités ne soient pas entièrement dissous avant d'atteindre la température eutectique. Dans ce cas, qui a été précédemment présenté comme la liquation constitutionnelle, les restes de précipités réagissent avec la matrice pour former du liquide.

Les risques de fissuration par liquation constitutionnelle sont d'autant plus importants que les précipités sont nombreux et volumineux avant le soudage. Cela souligne donc le fait qu'il est important de pouvoir bien maîtriser la fraction et la taille des précipités γ' à chaque étape d'élaboration. La connaissance de la cinétique de dissolution des précipités et de la vitesse de chauffe permet d'aider à la prévention de la liquation.

Ojo et coll. [OJa04] rapportent que des analyses par calorimétrie différentielle à balayage, ou DSC (*differential scanning calorimetry*), de l'inconel 738 ont révélé que la réaction eutectique entre la matrice γ et la phase γ' avait lieu à une température inférieure à 1200 °C. Les deux valeurs de températures eutectiques mentionnées et reprises de la littérature sur le sujet, sont 1198 °C et inférieure à 1180 °C. Ces températures s'avèrent donc être inférieures à la température de solidus de l'alliage qui est de 1232 °C. Il s'agit donc bien de liquation constitutionnelle.

Le risque de liquation est accentué pour les superalliages dont la composition présente du titane et du niobium puisque ces éléments ont une forte tendance à la ségrégation dans les espaces inter-dendritiques.

Ojo et Chaturvedi ont observé qu'au cours de la liquation de superalliages à base nickel, la fissuration peut se produire sous des charges aussi faibles que 0,1 MPa. [OJO07]

5.2.2. La fissuration au détensionnement (à température intermédiaire)

5.2.2.1. Détente thermique

La fissuration au détensionnement, thermique s'entend (*strain age cracking*), est très souvent associée à la mauvaise soudabilité des superalliages, en particulier lorsque ceux-ci présentent une forte proportion de phase durcissante, due à leurs taux de titane et d'aluminium supérieurs à 3,5%, comme le souligne la Figure 5.22. Cette mauvaise soudabilité a d'ailleurs longtemps été uniquement attribuée à ce détensionnement. Avant la découverte des problèmes que pouvaient induire l'involontaire liquation, la relation d'équivalence, initialement innocente bien que fausse, entre détensionnement d'alliage à phase durcissante et mauvaise soudabilité, s'explique simplement.

La fissuration au détensionnement intervient lorsque l'alliage présente une phase durcissante de type $Ni_3(Al,Ti)$ et qu'il subit un traitement thermique de précipitation ou de

relaxation des contraintes résiduelles développées pendant l'étape de mise en œuvre. Généralement, la température nécessaire à la relaxation est supérieure à la température de revenu de l'alliage, ce qui le mène à développer rapidement une plus grande précipitation. Il s'ensuit un durcissement plus important de la matrice ainsi qu'une très forte déformation localisée aux joints de grains, à la fois dans la zone refondue, la ZPF et la ZAT. Le durcissement empêche la plastification nécessaire à la relaxation et aboutit à une fissuration liée à une concentration excessive de déformation au niveau des joints de grains, où les carbures font souvent office de sites d'amorçage. [HEN04]

Dans le cas d'alliages particulièrement chargés en éléments durcissants et pour lesquels la cinétique de précipitation est très rapide, comme l'Inconel 738, ce type de fissuration peut intervenir directement après le soudage, pendant même le refroidissement. [DAN08]

La fissuration au détensionnement apparaît donc liée à la cinétique de précipitation. Les diagrammes temps-température-transformations ou TTT, permettent de déterminer les vitesses de chauffe et de refroidissement qui évitent la formation de certaines phases. Dans certains cas, ces phases peuvent, bien sûr, être désirées et recherchées, comme la martensite dans les aciers. À titre d'exemple, la Figure 5.23 représente les diagrammes TTT du Waspaloy et de l'Inconel 718 en ce qui concerne respectivement les phases durcissantes γ' et γ'' . Malheureusement, aucune donnée n'a été relevée dans la littérature pour l'Inconel 738.

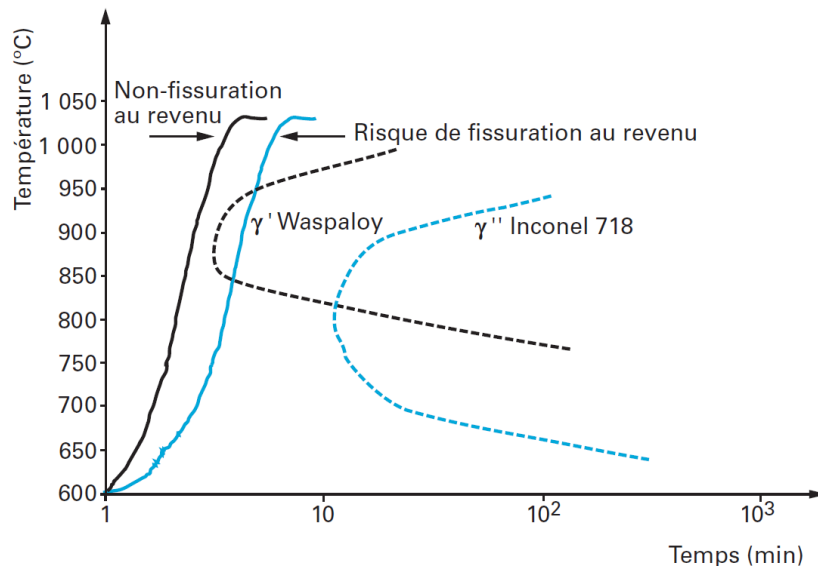


Figure 5.23 – Diagramme TTT présentant les conditions d'apparition de la phase γ' pour le Waspaloy et de la phase γ'' pour l'Inconel 718. [FER07]

La Figure 5.23 permet d'observer que la précipitation apparaît, au plus tôt, après trois minutes de traitement à 900 °C pour le Waspaloy et un peu plus de dix minutes à 800 °C pour l'Inconel 718. Pour éviter la fissuration au détensionnement, il faut limiter au maximum le passage dans la zone de précipitation et, dans la mesure du possible, l'éviter complètement. Ainsi, le risque de fissuration pourrait être nul. Deux stratégies se dégagent alors de cette figure. La première consiste à effectuer le traitement à une température inférieure à celle qui présente le risque maximum de fissuration. Cependant, la température peut alors ne pas être assez élevée pour permettre un bon détensionnement. La seconde stratégie, de mise en œuvre plus ardue, consiste à passer au-dessus du nez de la courbe. Pour l'Inconel 718, il s'agirait donc de chauffer de 600 °C à 900 °C en moins de dix minutes, et pour le Waspaloy, il faudrait chauffer de 750 °C à 1000 °C en moins de trois minutes.

Ce régime de chauffe concerne bien sûr les zones particulièrement contraintes suite au soudage et doit évidemment s'appliquer sur toute la zone affectée y compris en profondeur. Il est donc important de tenir compte de la conductivité thermique de l'alliage pour bien prévoir sa mise en température et son comportement pendant le traitement.

Or la précipitation de la phase γ' dans l'inconel 738 est extrêmement rapide, à tel point qu'il semble impossible de chauffer suffisamment rapidement pour l'éviter. Une solution au problème de fissuration qu'implique cette précipitation a été trouvée et consiste à utiliser, comme matériau d'apport pendant le soudage, un métal qui ne durcit pas par précipitation. Seulement, cette issue confère à la soudure une résistance mécanique bien inférieure à celle du matériau de base. En outre, lorsqu'il s'agit d'étudier la fabrication par *SLM*, la notion de métal d'apport n'apparaît plus pertinente. Limiter le développement des contraintes semblerait donc être la seule solution pour préserver la santé de la pièce lors d'un traitement thermique de détensionnement.

5.2.2.2. Alternative à la détente thermique

Le traitement thermique de relaxation de contraintes est coûteux à la fois en temps et en énergie et peut induire une fissuration ou une fragilisation de la matière dans, notamment, les aciers à haute résistance ou les superalliages durcis par précipitation. La microstructure est bien souvent affectée et son évolution se fait rarement dans le bon sens. En outre un tel traitement n'est pas toujours applicable pour des structures massives et imposantes. Différentes méthodes, qui ne font pas ou peu intervenir la température, pour réduire les contraintes résiduelles ont été développées : relaxation par vibration, explosion, laminage à froid, ultrasons, cryogénie, champ magnétique, etc.

Les deux méthodes qui sont ultérieurement détaillées se présentent globalement comme des alternatives au traitement thermique afin d'augmenter la durée de vie des pièces. Elles présenteraient comme principaux intérêts une facilité d'opération, un court temps de traitement ainsi qu'une économie substantielle d'énergie. Celles-ci pourraient permettre la relaxation des contraintes en fin de fabrication par *SLM*.

5.2.2.2.1. Détente par vibration

Stress Relief Engineering Company, Costa Mesa, Californie, États-Unis est la première société à avoir mis au point en 1962 une méthode de détente des contraintes par vibration non thermique. Cette technique basée sur la résonnance, et appelé *Formula 62*, est actuellement largement acceptée dans l'industrie. Le matériel, portable et peu encombrant, introduit des vibrations basse fréquence à haute amplitude pendant généralement une courte durée qui s'étend de dix minutes à une heure en fonction de la masse de la pièce à détendre. Un cycle de trois fois cinq minutes suffirait pour stabiliser des pièces allant jusqu'à dix tonnes. Cette méthode dissipe les contraintes résiduelles dans la pièce et dans les soudures sans engendrer de déformation, de modification dans la structure métallurgique ou chimique et sans altérer les propriétés mécaniques : résistance à la traction, à la fatigue et limite élastique. Les contraintes résiduelles sont réduites par rétablissement d'un équilibre statique induit par des vibrations à basse fréquence.

De manière pratique, l'utilisation de la résonnance assure une meilleure redistribution des contraintes. Il faut, en moyenne, deux minutes pour déterminer la fréquence de résonnance avant d'appliquer le traitement. Celui-ci peut alors être effectué sur les métaux ferreux et non ferreux, typiquement les aciers au carbone, les aciers inoxydables, la fonte, l'aluminium, le manganèse, les Inconel, et cela suite à de nombreux procédés de transformation tels que l'usinage, le fraisage, le meulage, le poinçonnage, l'alésage, l'emboutissage, le perçage, le rabotage, la coupe, le forgeage ou encore le soudage. Pour ce dernier, il est même possible, suivant la méthode de soudage, d'appliquer le traitement pendant l'opération, plutôt qu'à sa suite. À ce sujet Aoki et coll. soudent deux tôles, avec et sans vibration. Deux types de vibrations sont apportés et se différencient par leur spectre : un bruit blanc entre 0 Hz et 500 Hz⁴², et le

⁴² En toute rigueur, un bruit blanc est défini comme un signal dont la densité spectrale de puissance est identique pour toutes les fréquences. Cela implique donc qu'un tel signal possède une énergie infinie. En pratique, l'existence d'un tel signal est impossible, et le bruit blanc est plutôt défini comme un signal dont

même bruit blanc filtré pour lequel la fréquence centrale est la fréquence propre de la structure et la puissance décroît de 24 dB par octave. Les expériences réalisées montrent que pour les deux chargements de vibration, le joint soudé est moins contraint qu'en l'absence de vibration. Très peu d'influence est observée entre les deux types d'ondes sur la détente des contraintes. [AOK05]

Toutes formes et tailles de pièces peuvent être traitées. Ainsi, un système de table vibrante a été mis au point pour traiter simultanément de nombreuses petites pièces. Malgré tout, un traitement thermique en lots convient généralement mieux pour traiter un grand nombre de petites pièces. De plus, *Formula 62* n'est pas très efficace sur les métaux laminés à froid, extrudés, recuits par écrouissage ou par précipitation. La méthode vibrante est utilisée exclusivement pour réduire les contraintes résiduelles. Il n'est pas question de recuit, de revenu, ou de normalisation. Elle ne peut se substituer au traitement thermique que lorsque ce dernier a pour unique objectif d'assurer la stabilité dimensionnelle de la pièce. *Stress Relief Engineering Company* préconise d'ailleurs fortement de conserver les traitements thermiques dans les domaines touchant à la génération d'électricité, en particulier le nucléaire, à la chaudronnerie sous pression et à la pétrochimie. [SRE11][DGT11]

Hahn étudie, à l'aide d'un modèle analytique en utilisant le calcul par éléments finis du logiciel commercial ANSYS, la relaxation des contraintes internes dans des structures précontraintes. Il considère, comme paramètre influençant la relaxation, l'intensité des contraintes résiduelles, la fréquence d'excitation ainsi que l'amplitude du mouvement. Il observe que la relaxation la plus importante a lieu lorsque la fréquence imposée est égale à la fréquence propre de résonance de la structure. L'augmentation de l'amplitude de la vibration permet aussi d'améliorer la détente. En outre cette dernière est plus importante pour des structures plus faiblement contraintes. [HAH02]

À titre anecdotique, puisque les fréquences mises en jeu ne sont pas du même ordre de grandeur, Ahmed et coll. observent, dans une étude sur le tournage d'Inconel 718, que l'application de vibrations ultrasoniques pendant le procédé permet de diminuer les contraintes résiduelles qui se forment au niveau de la surface tournée. [AHM06]

5.2.2.2. Détente par champ magnétique

La méthode de détente par champ magnétique, peu présente dans la littérature et qui permet une relaxation générale des contraintes, se décline en deux versions.

La première consiste à appliquer des pulses de champ magnétique intense à la pièce [KLA03][LU98] et la seconde demande à appliquer un champ magnétique alternatif à basse fréquence [TAa98][TAa98][WU02]. Dans les deux cas, les auteurs observent, sur des aciers à taux de carbone normal ou bas, une diminution des contraintes résiduelles, que celles-ci proviennent d'une pièce précontrainte ou d'un soudage. Bien que les premiers résultats ne soient pas extraordinaires, le gain est présent et susceptible d'amélioration en optimisant les paramètres du procédé : intensité, fréquence et durée de traitement. Tang et coll. [TAa98] remarquent d'ailleurs que le point de fonctionnement où l'efficacité du traitement est maximale se déplace avec la fréquence lors de l'augmentation de l'intensité du champ.

Wu et coll. [WU02] déterminent, à l'aide d'observations au microscope électronique à transmission, que la densité de dislocation dans le matériau ne varie sensiblement pas à l'issue du traitement de relaxation par champ magnétique alternatif, mais que la distribution de celles-ci change : les dislocations sont réparties de manières plus homogènes. Cela entraîne donc une diminution de l'intensité des contraintes dans la matière, non seulement au sein du joint soudé, mais aussi dans le reste de la pièce. Une entreprise basée aux États-Unis utilisa une telle

la densité spectrale de puissance est identique pour toutes les fréquences comprises dans un intervalle fini.

technique pour fabriquer des outils de coupe [WU02], et ceux-ci se sont révélés avoir une durée de vie augmentée de 20 % à 50 %. Il est pensé que cet effet est dû à la relaxation des contraintes dans la pièce bien qu'aucune donnée quantitative ne puisse étayer cette thèse. La durée de vie d'aube de turbine semble aussi avoir été allongée. [TAb98][WU02].

Les mécanismes qui aboutissent à un tel résultat restent un peu obscurs. Néanmoins, Wu et coll. [WU02] avancent deux explications possibles.

La première repose sur le fait que le champ magnétique est généralement bénéfique à la libération des dislocations de leurs points d'ancrage. Elles seraient alors sujettes à un déplacement et à un réarrangement dans la direction des contraintes internes. Leurs interactions mutuelles, crantage et déplacement tortueux, seraient significativement réduites. Les interactions entre les parois de domaine magnétique et le champ de contrainte des dislocations permettraient à celles-ci de franchir les obstacles et de continuer à se déplacer. En somme, le champ magnétique amené par le procédé faciliterait le mouvement des dislocations.

La seconde explication considère que le traitement magnétique induit une magnétostriction ainsi qu'un mouvement des parois de domaines dans les alliages ferromagnétiques. Ces changements modifieraient les états de contrainte localement. La direction d'aimantation du domaine magnétique serait différente dans chacun des grains car ceux-ci présenteraient des axes de facile aimantation différents du fait de leur désorientation respective. Ces différences d'intensités et d'orientation de l'aimantation associées à la vibration des domaines magnétiques développeraient des contraintes de tension, de compression et de cisaillement au sein des différents domaines et au niveau de leurs interfaces. Les déformations résultantes mèneraient à la relaxation des contraintes résiduelles. Tang et coll. [TAb98] ajoutent qu'à une échelle macroscopique, la vibration magnétique s'apparenterait à une oscillation induite par magnétostriction dynamique. Cette oscillation, dans la mesure où il s'agit d'un processus périodique au niveau du mouvement des domaines magnétiques et de la rotation de l'aimantation, est analogue à une vibration mécanique ; les deux phénomènes présentent d'ailleurs une fréquence de résonance.

Bien qu'un certain effet de peau pourrait intervenir [KLA03], ces mécanismes de déformation sembleraient avoir lieu dans l'ensemble de la matière traitée, aussi bien en surface qu'en profondeur et engendreraient ainsi une réduction globale des contraintes dans la totalité de la pièce.

Enfin, il s'agit de préciser que les traitements de détente par champ magnétique n'ont été effectués que sur des aciers, donc des alliages ferromagnétiques. Quant à l'influence d'un tel traitement sur les superalliages à base nickel, essentiellement non ferromagnétiques, sur les précipités de phase durcissante qu'ils contiennent, et sur l'évolution de ceux-ci lors de la mise en service de la pièce, rien n'est mentionné dans la littérature.

5.2.3. Le préchauffage

Afin de réduire la susceptibilité à la fissuration lors du soudage, notamment celle liée à la liquation, il a été envisagé de chauffer la pièce avant et pendant l'étape de soudage. Ainsi, l'énergie à apporter par la méthode de soudage nécessaire à la fusion de la matière est plus faible et l'intensité des contraintes développées est moindre. Un simple calcul calorifique permet de déterminer l'apport énergétique nécessaire à la fusion. L'apport énergétique nécessaire pour porter une masse m de matière à la température de fusion T_{fusion} se calcule, en fonction de la capacité calorifique C_p et de la température de préchauffage $T_{préchauffage}$:

$$Q = m C_p (T_{fusion} - T_{préchauffage})$$

En considérant que les propriétés thermiques de l'Inconel 738 sont proches de celles de l'Inconel 625, et en estimant la température de fusion à 1330 °C, il peut être tracé la Figure 5.24

qui représente l'ordre de grandeur de l'énergie nécessaire à apporter pour obtenir la fusion d'un kilogramme de matériau en fonction de la température de préchauffage, de 25°C à 950°C.

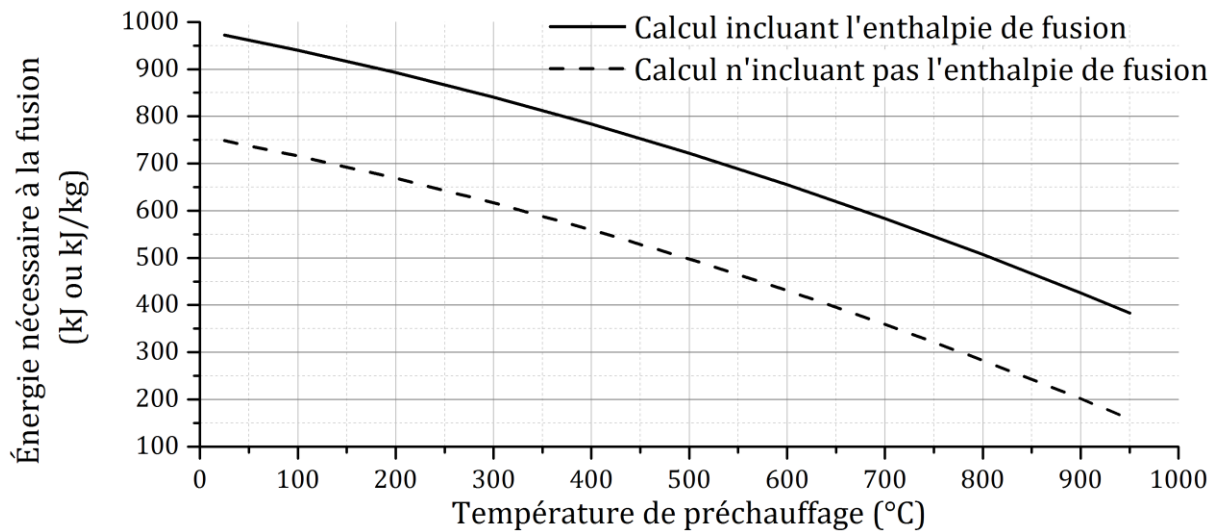


Figure 5.24 – Énergie nécessaire à apporter par le soudage pour obtenir la fusion d'un kilogramme de matériau en fonction de la température de préchauffage.

Le graphique permet d'observer qu'un préchauffage à 800 °C réduit de moitié l'énergie que doit fournir le procédé de soudage pour fondre le matériau. À 950 °C, il faut encore fournir 40 % de l'énergie sans préchauffage. S'il est intéressant de réduire l'énergie à apporter localement par le soudage, c'est que cela induit une diminution des gradients thermiques. Les contraintes d'origine thermique sont donc favorablement réduites. Pour une même dimension de la zone fondue, c'est-à-dire un même apport d'énergie par la source de fusion, la ZPF et la ZAT sont plus étendues dans le cas d'un soudage avec préchauffage. La quantité de précipités soumis à la liquation constitutionnelle est donc plus importante, mais comme les contraintes développées sont moindres, la quantité de précipités est moins délétère.

Le préchauffage est une technique parfois employée pour le procédé *SLM* pour l'élaboration d'alliages difficilement soudables. L'objectif est identique. Elle permet de préchauffer en continu le lit de poudre pour limiter l'intensité des contraintes résiduelles formées depuis la fusion. Toutefois, l'exposition prolongée du lit de poudre à une température de préchauffage peut induire une transformation de la poudre notamment par frittage ou par oxydation ce qui peut anéantir toute possibilité de réutilisation et apporter des difficultés à l'extraction de la pièce.

5.2.4. Étude de fissuration de l'inconel 738

Danis [DAN08] étudie la fissuration de l'Inconel 738 pour une application de soudage *TIG*. Il soumet des échantillons à différents traitements de mise en solution en guise de traitements de pré-soudage, avant d'effectuer une passe de soudage, avec toujours de l'Inconel 738 comme matériau d'apport. Il effectue également une opération de soudage sur des échantillons préchauffés. Il ressort de cette étude que tous les échantillons non préchauffés présentent de petites fissures submillimétriques dans la ZPF ou la ZAT et qu'aucun des échantillons préchauffés n'est fissuré.

Les fissures qui se sont formées ne présentent pas toutes le même aspect. Les échantillons qui ont été mis en solution à 1120°C présentent, autour des fissures, des zones de liquation. Par contre, les échantillons qui ont subi la remise en solution à 1200 °C ou 1220 °C n'ont pas ces zones de liquation. Il y a donc eu deux types de fissuration distincts. La remise en

solution à plus basse température dissout peu les précipités γ' présents dans la matrice. Lors du chauffage rapide induit par le soudage, ceux-ci sont fortement sujets à la liquation constitutionnelle et les contraintes induites par le refroidissement mènent à la fissuration : c'est la fissuration par liquation constitutionnelle. Pour les échantillons remis en solution au-delà de 1200 °C, le traitement a permis une bonne dissolution des précipités. Ceux-ci se sont reformés au refroidissement, mais sous une forme beaucoup plus fine. Pendant l'opération de soudage, ils se sont à nouveau dissous. La nouvelle précipitation qui s'est effectuée est alors fine et éparse ce qui a durci l'alliage. Il s'est donc retrouvé fortement contraint et incapable de se déformer suffisamment pour relaxer ses contraintes. La fissure est apparue selon un mécanisme proche de celui de la fissuration au détensionnement.

Les échantillons préchauffés entre 500 °C et 950 °C sont exempts de fissures, mais pas de traces de liquation. Celles-ci sont d'ailleurs d'autant plus nombreuses que la température de préchauffage est importante. En effet la ZPF et la ZAT s'étendent avec la température de préchauffage, ce qui laisse plus de place pour l'apparition de la liquation. Cependant, le gradient thermique développé est beaucoup plus faible. Cela réduit donc l'intensité des contraintes qui se développent au refroidissement et celles-ci restent à un niveau acceptable par l'alliage. Ainsi, bien que ce dernier soit soumis à la liquation constitutionnelle des précipités γ' , il ne fissure pas.

L'état de précipitation γ' dans l'Inconel 738 permet donc de connaître le mécanisme préférentiel de fissuration de l'alliage. La présence de gros précipités pousserait à une fissuration par liquation constitutionnelle, alors que des précipités fins favoriseraient la fissuration par la création de contrainte trop importante pour que l'alliage y résiste.

5.3. ANALYSE DES POUDRES

5.3.1. Morphologie

La poudre utilisée par l'ILT pour fabriquer des échantillons en Inconel 738 a été produite par atomisation à l'argon par *Praxair Surface Technologie GmbH*. La Figure 5.25 illustre la population des particules. Comme pour la poudre d'Inconel 625, les particules sont sensiblement sphériques et présentent des défauts de type satellite, agglomérat ou phagocytage. Certaines particules présentent une structure clairement dendritique en surface.

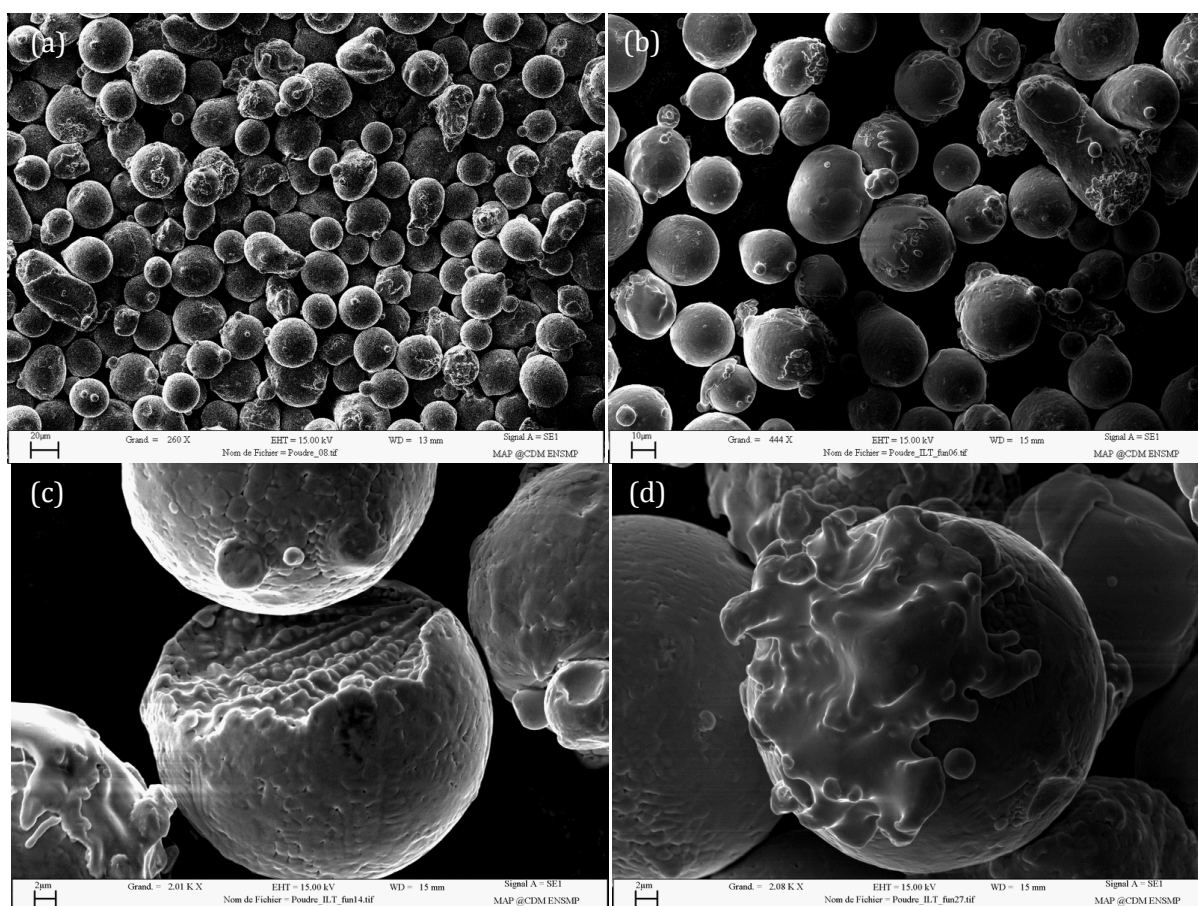


Figure 5.25 – Micrographies électroniques de la poudre d'Inconel 738 utilisée. (a) et (b) Aperçu de la morphologie générale de la poudre, (c) particule présentant un large cratère et particules avec des satellites, (d) particule phagocytée. Échelles respectives : 20 µm, 10 µm, 2 µm et 2 µm

5.3.2. Analyse à la microsonde de Castaing

La composition de la poudre donnée dans le Tableau 5.1 provient d'une analyse de particules effectuée par microsonde de Castaing (Cameca SX 100). Les valeurs données représentent la moyenne de 328 points de mesures au sein de dix particules différentes.

La résolution spatiale de la microsonde dépend de la haute tension appliquée par l'intermédiaire de la poire d'interaction des électrons avec la matière. Au niveau de l'ordre de grandeur, la résolution latérale est d'environ 1 µm pour une profondeur d'analyse de 1 µm. Ainsi, les rayons X recueillis par le détecteur proviennent d'une zone de 1 µm³. Du fait de la préparation des échantillons, des traces de solvants carbonés peuvent subsister et perturber la mesure de la quantité de carbone présent dans l'échantillon. C'est pour cette raison qu'elle n'a pas été mesurée. En ce qui concerne le silicium, il est trop peu présent pour obtenir une statistique fiable.

La Figure 5.26 présente la répartition des éléments au sein d'une particule. Malgré la vitesse de solidification de l'alliage supérieure après atomisation ($\leq 10^4$ K/s) qu'après fonderie ($\geq 10^3$ K/s) la poudre montre une nette microségrégation du titane dans les zones interdendritiques. La ségrégation du niobium est aussi bien visible et celle du tantale est plutôt limitée. Au contraire, l'aluminium semble plutôt réparti de manière homogène, ainsi que les autres éléments étudiés. Cette répartition est en bon accord avec les coefficients de partage des différents éléments donnés par Rupp [RUP86] dans l'Inconel 100 (Mo : 0,7 ; Al 0,97 ; Ti : 0,53).

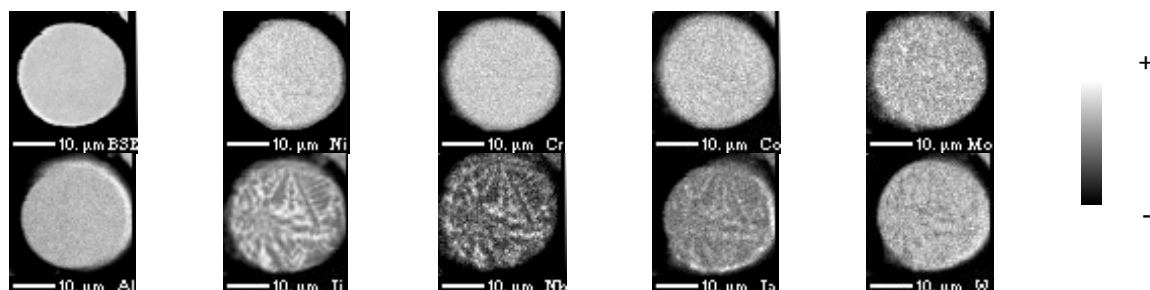


Figure 5.26 – Cartographie de répartition des différents éléments d'alliage dans une particule de poudre.

La composition de l'alliage produit par fusion sélective n'a pas été analysée. Ainsi, la possibilité d'évaporation de certains éléments comme l'aluminium n'a pas été contrôlée.

5.3.3. Granulométrie

De manière analogue à la poudre d'Inconel 625, la répartition granulométrique de la poudre d'Inconel 738 a été déterminée par granulométrie laser. La Figure 5.27 donne les résultats expérimentaux accompagnés des différentes courbes d'ajustement des distributions en volume et en nombre, ainsi que des fonctions de répartition. Les différentes valeurs statistiques des distributions granulométriques en volume et en nombre sont aussi données.

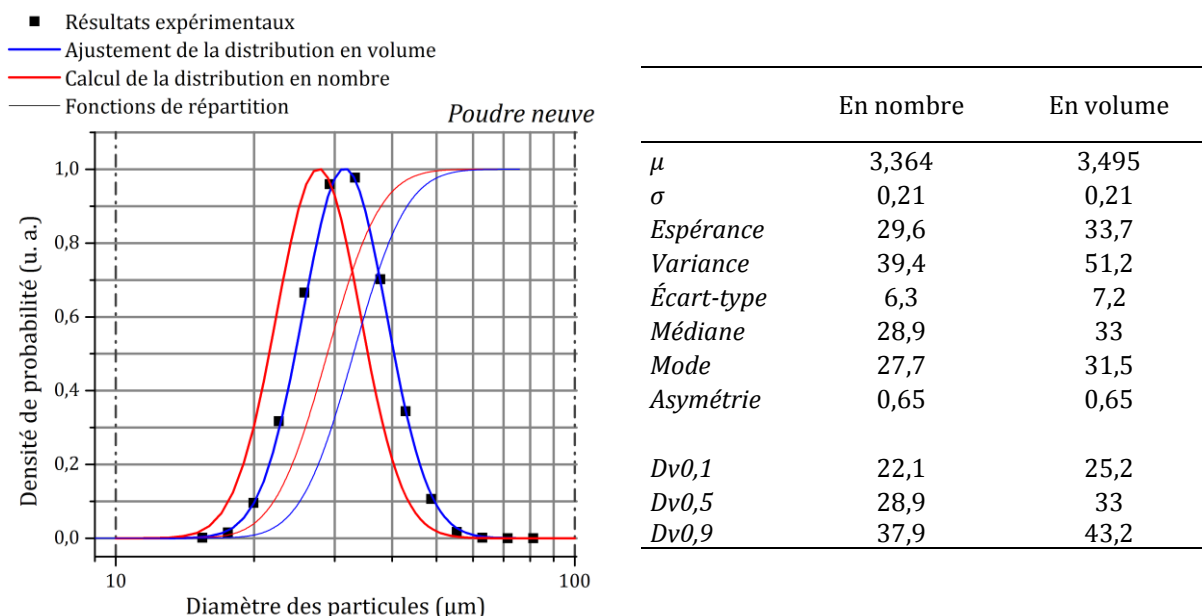


Figure 5.27 – Distribution granulométrique de la poudre d'Inconel 738 mesurée par granulométrie laser et tableau regroupant les différentes caractéristiques statistiques de la distribution granulométrique de l'Inconel 738.

La poudre qui sera utilisée pour la production d'échantillon en Inconel 738 est donc une poudre dont la taille modale est de 27,7 μm , la taille médiane est de 28,9 μm et dont la

distribution log-normale en nombre présente un écart-type de 6,3 μm et une asymétrie de 0,65 ($\sigma = 0,21$). Les particules ont, à 80 %, une taille comprise entre 22,1 μm et 37,9 μm .

5.3.4. Compacité

Les mesures de compacité de la poudre d'Inconel 738 sont données dans le Tableau 5.4. Les valeurs obtenues pour l'Inconel 625 sont rappelées.

Dans le cas présent, l'asymétrie, c'est-à-dire la proportion de petites particules par rapport aux grosses est peu corrélée à la compacité de la poudre. De fait, les deux poudres non tamisées présentent sensiblement les mêmes compacités versée et tassée.

	Asymétrie	Compacité versée		Compacité tassée	
		Moyenne	Écart-type	Moyenne	Écart-type
738 (non tamisée)	0,64	53,0 %	0,45 %	61,6 %	0,52 %
625 non tamisée	1,89	53,3 %	0,45 %	61,2 %	0,51 %
625 tamisée	1,56	50,6 %	0,61%	63,9 %	0,36 %

Tableau 5.4 – Résultats des mesures de compacité versée et tassée pour l'Inconel 738 assortis des résultats précédemment obtenus pour l'Inconel 625.

5.3.5. Analyse thermique différentielle

De manière analogue à la poudre d'Inconel 625, la poudre d'Inconel 738 a été soumise à une analyse thermique différentielle afin de déterminer son état thermodynamique. Le cycle complet appliqué est identique à celui de l'alliage précédent : deux cycles successifs de chauffe puis refroidissement depuis la température ambiante jusqu'à 1500 °C avec une rampe de température de 10 °C/min pour l'ensemble de l'essai. Les échantillons étaient placés sous un balayage d'argon de 3 ℓ/h . La Figure 5.28 présente le thermogramme obtenu.

Cette figure présente les deux cycles de chauffe et de refroidissement. Les deux courbes de refroidissement sont assez semblables avec un début de solidification autour de 1329 °C puis un évènement en partie masqué par le premier pic de cristallisation, à 1292 °C, indiquant probablement la réaction de formation des carbures, avec une fin de solidification proche de 1189 °C pour un intervalle de solidification important de 140 °C. Enfin la précipitation de la phase γ' dans la matrice γ apparaît entre 1105 °C et 1058 °C.

Le cas le plus intéressant est celui du chauffage ; les deux courbes sont significativement différentes avant 1200 °C. Le premier chauffage est effectué sur la poudre brute d'atomisation et révèle un pic exothermique important entre 500 °C et 700 °C. Ce pic n'existe pas pour le second cycle, après un refroidissement proche de l'équilibre thermodynamique. En outre, le caractère exothermique de l'évènement traduit un réarrangement de la structure de la poudre pour atteindre un niveau d'énergie libre plus bas. Ce pic traduit donc un retour à l'équilibre de la poudre qui, suite à l'atomisation, s'est retrouvée dans état fortement métastable. Un tel évènement avait déjà été observé pour la poudre d'Inconel 625, mais avec une intensité moindre. Alors que l'enthalpie de relaxation de l'Inconel 625 avait été estimée à près de 18 kJ/kg, celle de la poudre d'Inconel 738 est évaluée à 37,8 kJ/kg, soit un peu plus du double. Cette augmentation du caractère hors équilibre est attribuée à la phase γ' qui n'a pu se former suffisamment pendant le refroidissement de la poudre.

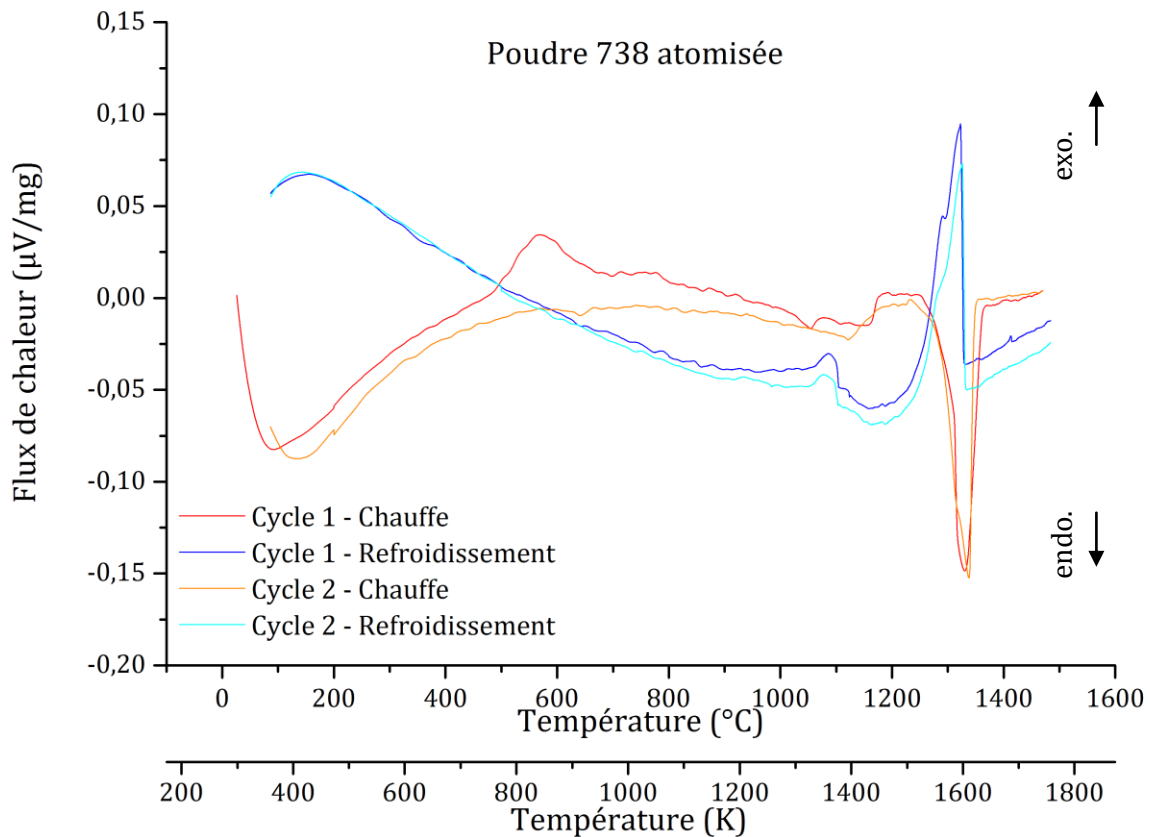


Figure 5.28 – Thermogramme de la poudre d'Inconel 738 produite par atomisation à l'argon.

La Figure 5.29 présente l'évolution de l'enthalpie de l'Inconel 738 avec la température calculée par N. Dupin avec Thermo-Calc et la base de données TCNI7. Cette figure permet d'évaluer l'enthalpie de fusion de l'alliage à 264 kJ/kg et l'enthalpie de précipitation de la phase γ' à 103 kJ/kg. L'intégration du pic de fusion, entre 1251 $^{\circ}\text{C}$ et 1359 $^{\circ}\text{C}$, révèle une enthalpie de fusion de la poudre de 257,8 kJ/kg ce qui est proche de l'enthalpie de fusion théorique de l'alliage. En comparant l'enthalpie de relaxation de la poudre (37,8 kJ/kg) à l'enthalpie de formation de la phase γ' (103 kJ/kg) il peut être estimé qu'environ 35 % de la phase γ' n'ont pas précipité à l'atomisation. Du fait des incertitudes de mesure liées à l'intégration des pics et à la calibration, cette valeur de 35 % n'est pas absolue, mais permet de situer l'intensité du déséquilibre thermodynamique.

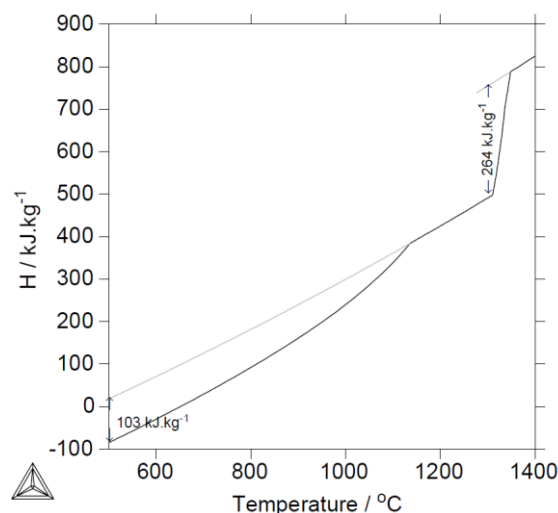


Figure 5.29 – Évolution de l'enthalpie de l'Inconel 738 en fonction de la température.

Après le pic exothermique, le premier chauffage présente deux pics endothermiques dans la plage de dissolution de la phase γ' . Le premier pic est situé à 1054 °C et le second à 1160 °C. Sur cette même plage de température, le second cycle présente un unique pic endothermique à une température intermédiaire de 1123 °C. Il s'agit dans tous les cas d'un événement de dissolution de la phase γ' . Pour le premier cycle, la précipitation de la phase γ' vers 500 °C induit une nouvelle population de précipités, probablement de composition différente de la population produite lors de l'atomisation, et le chauffage ultérieur peut mener à deux tailles de précipités différentes. Ces deux raisons peuvent justifier l'existence de deux pics au premier cycle. Après le refroidissement lent, les précipités du second cycle peuvent tout de même présenter des différences en taille et en composition suivant leur position dans le grain, mais l'hétérogénéité est moindre et le thermogramme n'enregistre qu'un seul pic, plus large. Le thermogramme de l'alliage brut de fonderie donné en Figure 5.30 (a) ne présente aussi qu'un seul événement entre 1000 °C et 1200 °C malgré la différence de taille que peut présenter les précipités.

Il peut être remarqué que le solidus et le liquidus sont différents à la chauffe et au refroidissement. Dans le premier cas, ils sont respectivement évalués à 1359°C et 1251 °C, pour un intervalle de solidification de 108 °C. Cette différence est liée à une homogénéisation de l'alliage à la chauffe. Dans l'absolu, l'intervalle de solidification qui est vu par l'alliage pendant le refroidissement et qui peut influencer la fissuration à la solidification et celle par liquation est de 140 °C pour un refroidissement à 10 K/min (0,17 K/s). Or l'augmentation de la vitesse de refroidissement tend à faire décroître la température de fin de solidification, augmentant donc l'intervalle de solidification du fait des ségrégations.

Après un traitement thermique à 650 °C pendant 20 h, le thermogramme de la poudre, donné en Figure 5.30 (b), présente un premier cycle de chauffe rigoureusement identique au second jusqu'à 650 °C. Le premier cycle de chauffe présente un pic de dissolution large des γ' entre 1000 °C et 1200 °C, comme le second cycle. Ceci indique que le traitement à 650 °C permet, au sein de la poudre, la formation de précipités γ' dont la distribution en taille est plutôt monomodale et pour lesquels la composition est proche.

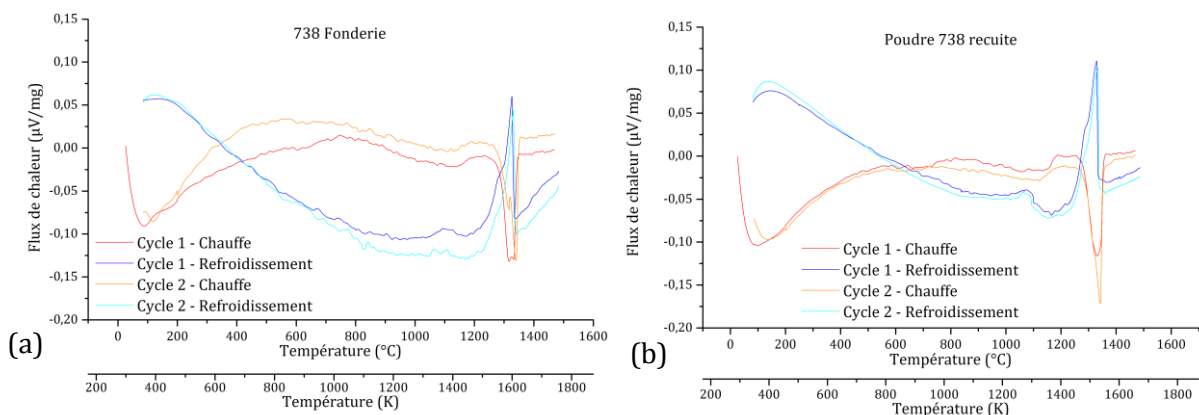


Figure 5.30 – (a) Thermogramme de l'Inconel 738 brut de fonderie. (b) Thermogramme de la poudre d'Inconel 738 produite par atomisation à l'argon puis traitée thermiquement pendant 20 h à 650 °C.

L'aspect de surface de la poudre traitée thermiquement sous vide secondaire est présenté sur la Figure 5.31. Il y apparaît la formation de fins précipités sur toute la surface de l'alliage trempé et, au niveau des bras des dendrites pour les particules présentant une surface dendritique. Ces précipités pourraient être des précipités γ' , et leur formation préférentielle au sein des bras de dendrites indiquerait l'influence plus forte de l'aluminium que le titane sur la précipitation.

Il reste à remarquer que la poudre traitée thermiquement apparaît bleutée, probablement du fait de la diffusion de la lumière par la précipitation de surface. Malgré le vide

secondaire, un effet d'oxydation, d'épaisseur inférieure au micron, peut aussi jouer sur la couleur.

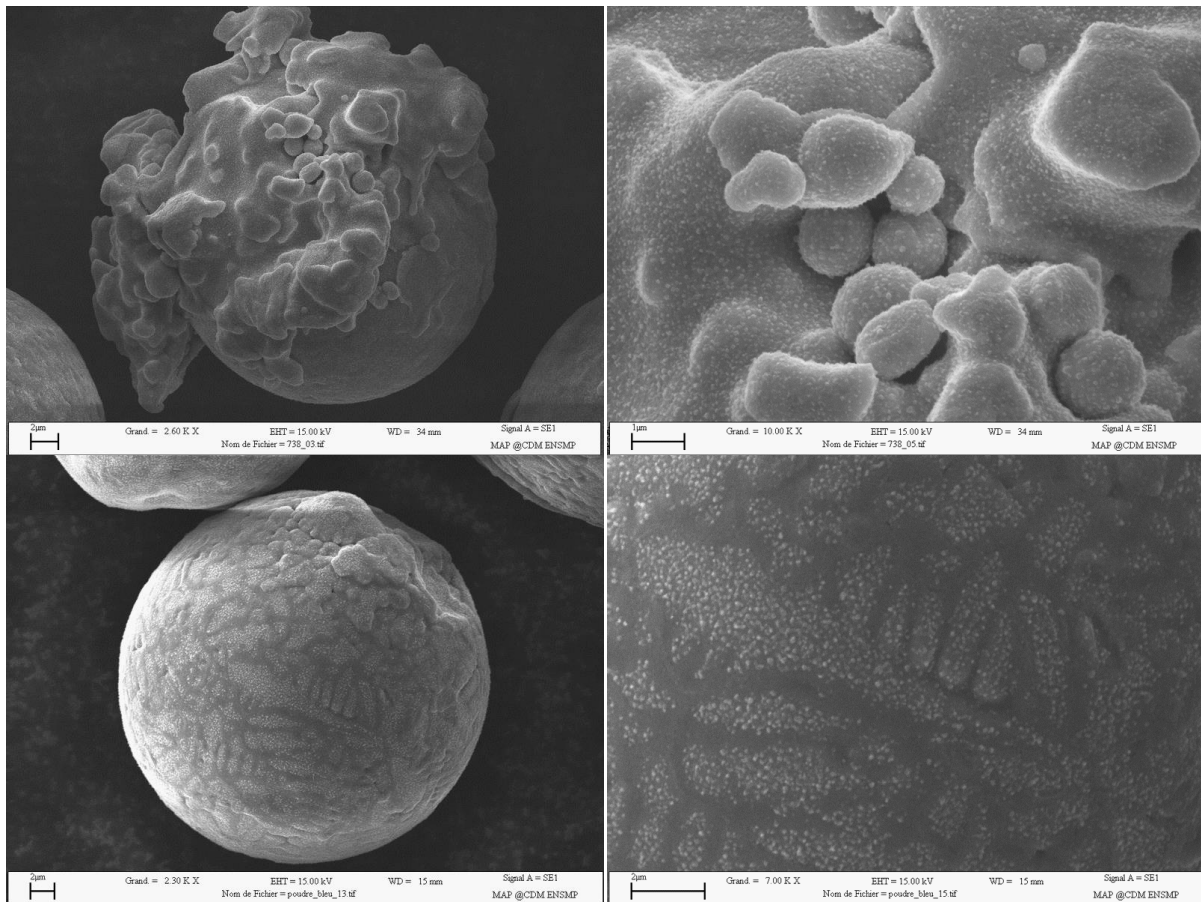


Figure 5.31 – Micrographies électronique de la poudre traitée thermiquement.

5.4. ÉTUDE DE L'ALLIAGE PRODUIT PAR SLM

Les pièces *SLM* étudiées plus loin ont été produites par Jeroen Risse de l'*ILT-Fraunhofer* en utilisant une stratégie d'« apport minimum d'énergie » afin de limiter la fissuration. La géométrie des pièces est donnée sur la Figure 5.32. Des murs de différentes épaisseurs ont été construits après fabrication d'un substrat. Quatre épaisseurs de murs ont été produites : 6 mm, 2 mm, 1 mm et 0,5 mm. De plus, trois épaisseurs de couches ont été étudiées : 10 μm , 20 μm et 30 μm . Les paramètres de fabrication ont été ajustés pour chacune des épaisseurs de couche afin de respecter la stratégie d'« apport minimum d'énergie ». La stratégie de fabrication comporte, en plus d'un balayage de remplissage, un balayage de contour. Celui-ci a essentiellement pour but de réduire la rugosité des surfaces latérales. La stratégie de balayage complète n'a pas été communiquée.

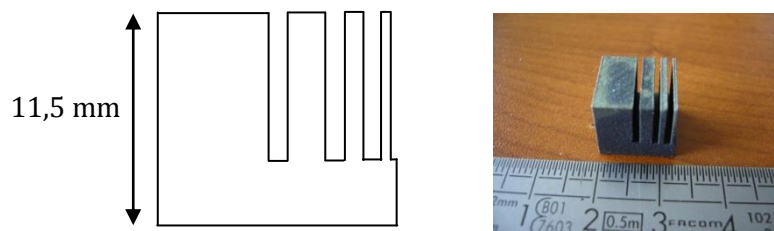


Figure 5.32 – Géométrie des échantillons d'Inconel 738 produits par SLM par l'ILT. Le schéma représente le plan de coupe des échantillons. De gauche à droite, l'épaisseur des murs est de 6 mm, 2 mm, 1 mm et 0,5 mm.

Des traitements thermiques ont été produits sur les pièces par *Turbomeca*. Les traitements investigués sont les traitements classiques : remise en solution à 1120 °C pendant deux heures et revenu à 845 °C pendant 24 heures, appliqués séparément ou successivement. Par l'intermédiaire de *Turbomeca*, un traitement de compaction isostatique à chaud à 1200 °C pendant quatre heures sous 1000 bar a été effectué par *Bodycote* à Magny-Cours dans le but de refermer les éventuels défauts.

5.4.1. Microstructure

5.4.1.1. Défauts et fissuration

À l'issue du polissage, la porosité des murs peut être partiellement, ou complètement, comblée par des débris menant à une détermination de la densité relative faussée. Dans l'objectif de diminuer cet effet, les échantillons ont subi une attaque électrolytique dans une solution de sulfate de cuivre à 1 % en masse pendant deux secondes à cinq volt. Afin d'éliminer la coloration provoquée par cette attaque et l'apparition de la structure des cordons, délétère pour l'analyse de densité relative par analyse d'image, les échantillons ont subi une dernière étape de polissage à un micron avec une pâte diamantée. Pour chaque échantillon, la densité relative déterminée inclut la porosité de toute la section droite.

Les résultats sont donnés dans la Figure 5.33, qui révèle que les échantillons produits par *SLM*, avant ou après traitement thermique, sont pratiquement totalement denses car chacun des échantillons observés présente une densité supérieure à 99,5 %. De manière générale, la densité des murs de 500 μm d'épaisseur est souvent inférieure à celle des autres murs. Ce résultat serait lié à la taille de la zone observée qui est plus petite pour ce mur ; les porosités ne sont peut-être pas plus fréquentes statistiquement, mais leur influence sur la mesure de la densité relative est plus importante. Les murs dont l'épaisseur est de 2 mm ou 6 mm ont sensiblement la même densité ce qui indiquerait une bonne statistique.

La faible valeur de densité pour l'échantillon brut de fabrication avec une épaisseur de couche de 30 μm s'explique par la présence de nombreux défauts alignés avec la direction de

fabrication, comme en témoigne la Figure 5.34. En l'absence de données sur l'énergie linéique et les autres paramètres du faisceau et du balayage, il est difficile de discuter l'origine des défauts.

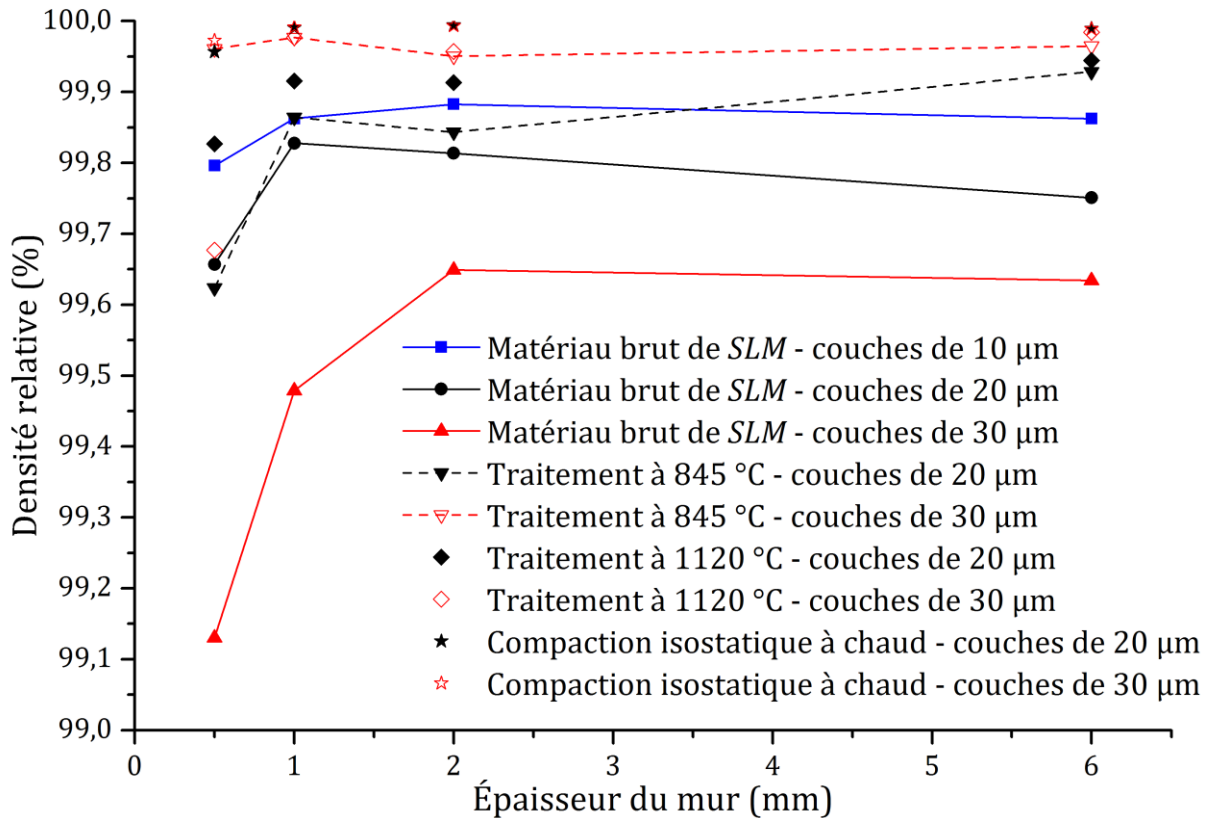


Figure 5.33 – Mesures de densité relative des murs bruts de fabrication SLM et après certains traitements thermiques.

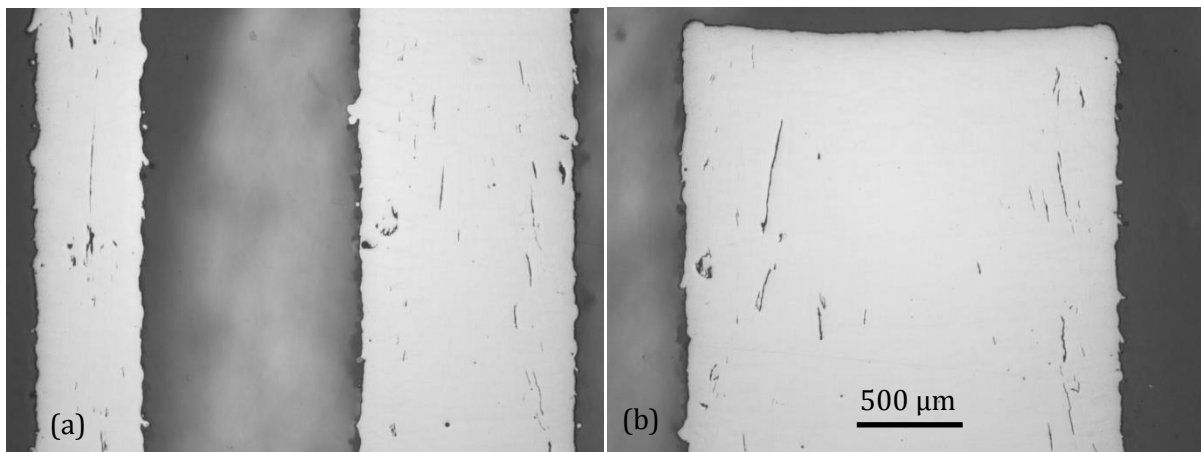


Figure 5.34 – Micrographies de l'échantillon brut de fabrication SLM fabriqué avec une épaisseur de couche de 30 µm représentant (a) les murs de 500 µm et de 1 mm d'épaisseur, (b) le mur de 2 mm d'épaisseur. L'échelle s'applique aux deux micrographies.

Les traitements thermiques semblent accroître la densité relative des échantillons. Alors que la porosité des échantillons non traités croît avec l'épaisseur de couche, pour les échantillons traités c'est l'inverse qui se produit. En effet, les points pleins sont généralement au-dessus des points creux. Un dernier fait à noter est que la densité relative des échantillons ayant subi la compaction isostatique à chaud est supérieure à 99,9 %, c'est-à-dire que le traitement remplit bien son office et ferme les porosités et les fissures.

Les défauts présents dans le matériau sont de quatre types : le manque de matière, le gaz occlus, le manque de fusion et les fissures.

Le dépôt du lit de poudre n'est pas nécessairement homogène et des zones pauvres en matière peuvent persister à l'issue du passage du faisceau laser. Le balayage des couches supérieures ne permet pas forcément de réparer ces défauts qui apparaissent alors comme un trou dans la matière. Les dimensions de ces défauts peuvent être petites aussi bien que grosses comme le signalent la Figure 5.34 et la Figure 5.35. Les plus gros défauts sont de ce type et sont plutôt horizontaux dans les échantillons à 10 μm et 20 μm d'épaisseur de couche (Figure 5.35). Ce caractère horizontal tend à indiquer un problème au niveau de l'adhésion entre les couches.

Pour les murs produits avec une épaisseur de couche de 30 μm , le manque de matière apparaît, au contraire, de manière plutôt verticale. La largeur de ces défauts est d'environ 5 μm et peut atteindre 10 μm .

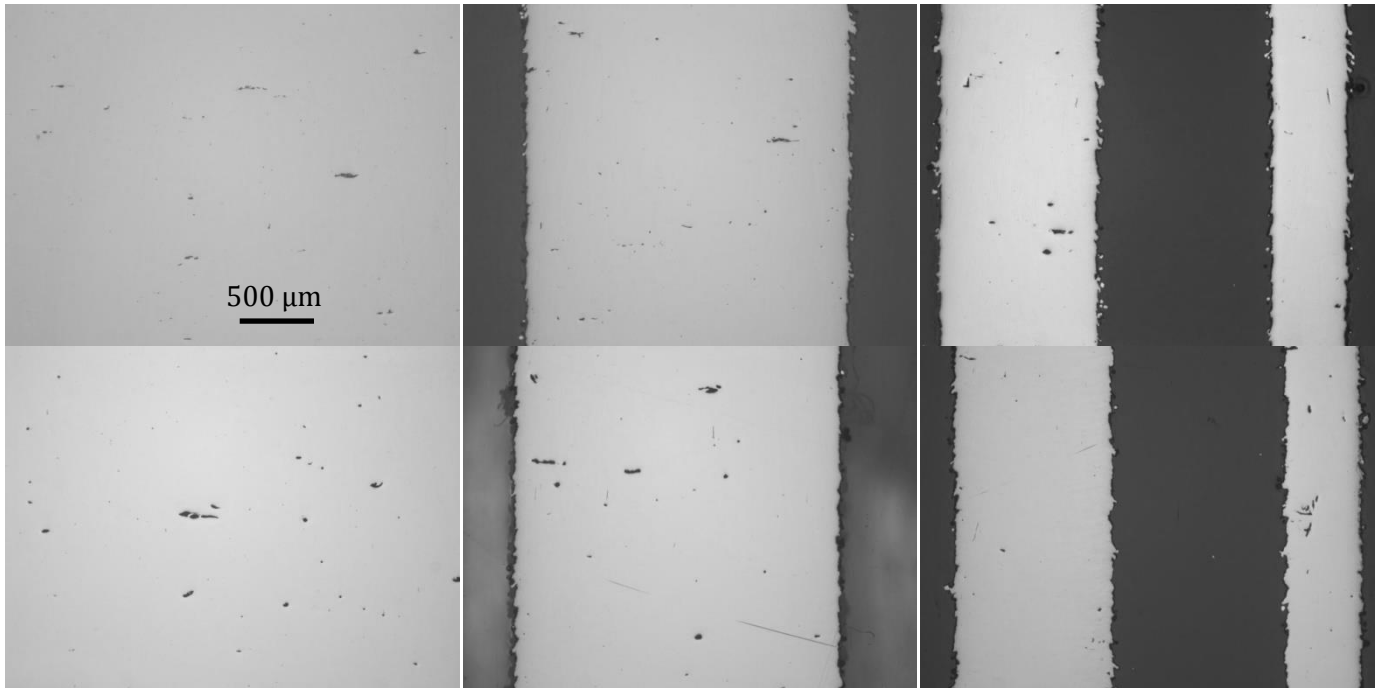


Figure 5.35 – Micrographies des échantillons bruts de fabrication SLM fabriqués avec une épaisseur de couche de 10 μm (en haut) et de 20 μm (en bas). L'échelle s'applique à toutes les micrographies.

Le gaz occlus dans le matériau peut provenir soit de la poudre soit du procédé de fabrication. Pendant l'atomisation, quelques particules de poudre peuvent capturer du gaz de refroidissement. Si le gaz emprisonné est neutre, comme c'est le cas ici avec l'argon, il ne réagit pas avec la matrice et il ne s'y dissout pas, ce qui aboutit à la formation d'une porosité sphérique (Figure 5.36). Si le gaz n'est pas totalement neutre, comme l'azote, il peut réagir à haute température pour former des nitrures. Si les particules sont grosses, de taille supérieure à 100 μm , une porosité due au retrait à la solidification peut aussi apparaître. Pendant la fusion des particules de poudre le gaz occlus peut ne pas réussir à sortir du matériau et reste prisonnier. En outre, la matière liquide peut capturer un peu du gaz protecteur de la chambre de fabrication et les mouvements de convection l'entraînent en profondeur avant solidification.

De manière générale, le gaz occlus présent dans le matériau SLM provient essentiellement de la porosité du lit de poudre. Ces défauts sont facilement identifiables car fortement sphériques du fait de la tension de surface. Ils n'excèdent pas 20 μm dans les échantillons étudiés, et ils sont difficiles à éliminer avec une compaction isostatique à chaud.

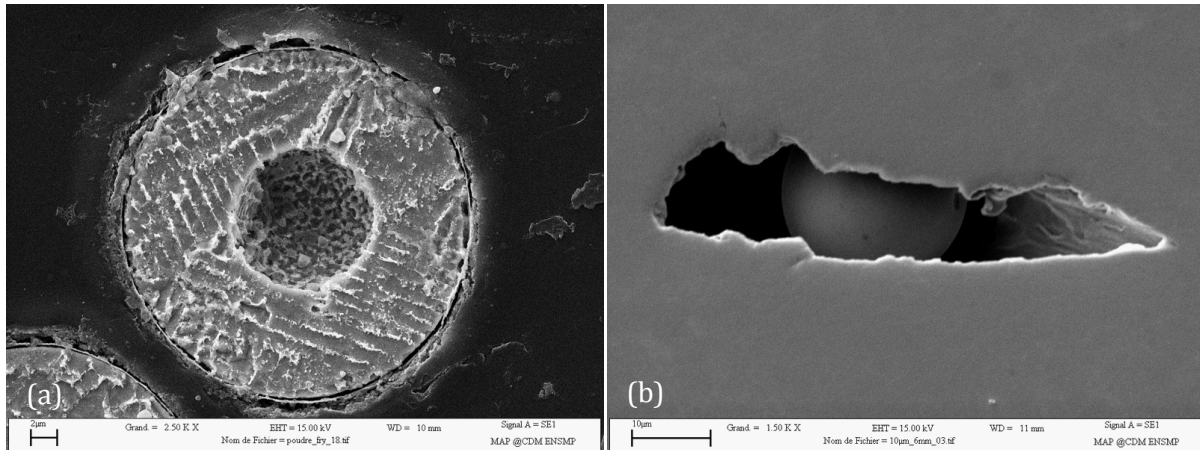


Figure 5.36 – (a) Micrographie électronique d'une particule de poudre présentant une porosité de gaz occlus. La barre d'échelle représente 2 μm . (b) Micrographie électronique d'un défaut de manque de matière présentant une particule non fondue. La barre d'échelle représente 10 μm .

Localement, une particule de poudre peut intégrer la structure sans avoir été totalement fondue. Hormis dans un défaut de manque de matière (Figure 5.36 (b)), le manque de fusion ne peut être observé qu'après une attaque électrolytique. La Figure 5.37 présente ce type de défaut. La microstructure fine de l'alliage est localement plus grossière, similaire à celle de la poudre visible grâce au collage des particules de la Figure 5.37 (a).

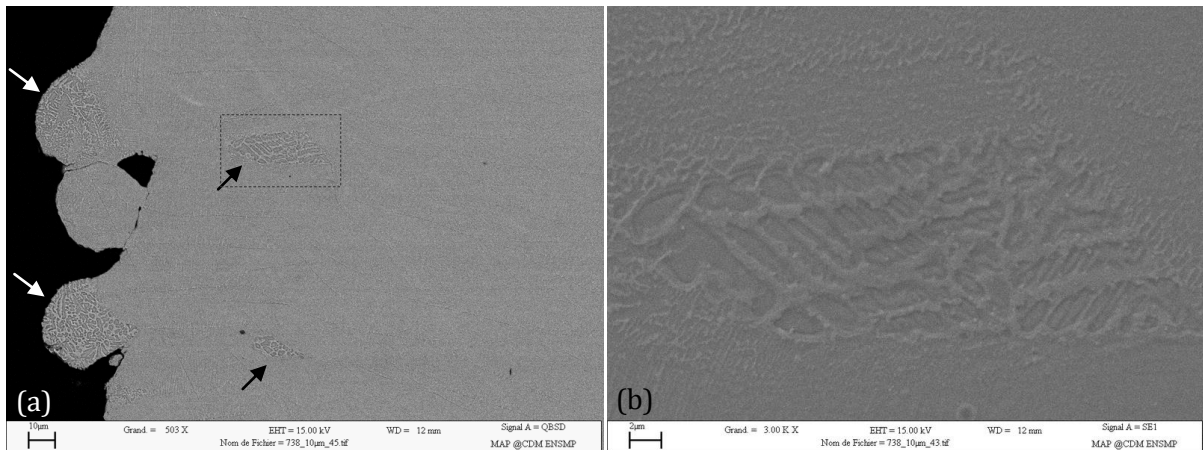


Figure 5.37 – Micrographies électroniques de l'échantillon d'épaisseur de couche de 10 μm . (a) présente la double occurrence d'un manque de fusion (flèches noires) et montre la microstructure de la poudre collée (flèches blanches) avec une image prise par le détecteur d'électrons rétrodiffusés. (b) est un grossissement de (a) pris avec le détecteur d'électrons secondaires. Les barres d'échelle représentent respectivement 10 μm et 2 μm .

Enfin, les fissures sont uniquement présentes sur l'échantillon fabriqué avec une épaisseur de couches de 30 μm et proviennent des paramètres du faisceau laser employés pour fondre le lit de poudre d'une cinquantaine de microns d'épaisseur.

5.4.1.2. Phases présentes et vitesse de refroidissement

La microstructure de l'alliage brut de SLM a été observée après attaque électrolytique dans une solution de sulfate de cuivre. La Figure 5.38 présente la microstructure pour les trois échantillons élaborés avec une épaisseur de couche différente. Les micrographies montrent une structure dendritique fine uniquement composée de dendrites primaires dont le bord est décoré par une fine précipitation de carbures.

La modification de l'épaisseur de couche ne change pas la microstructure. Sur les micrographies présentées pour l'échantillon à 30 μm , les dendrites peuvent paraître légèrement

plus grosses, mais ceci peut très bien être le fruit d'une observation locale ou du plan de coupe qui *allonge* les dendrites.

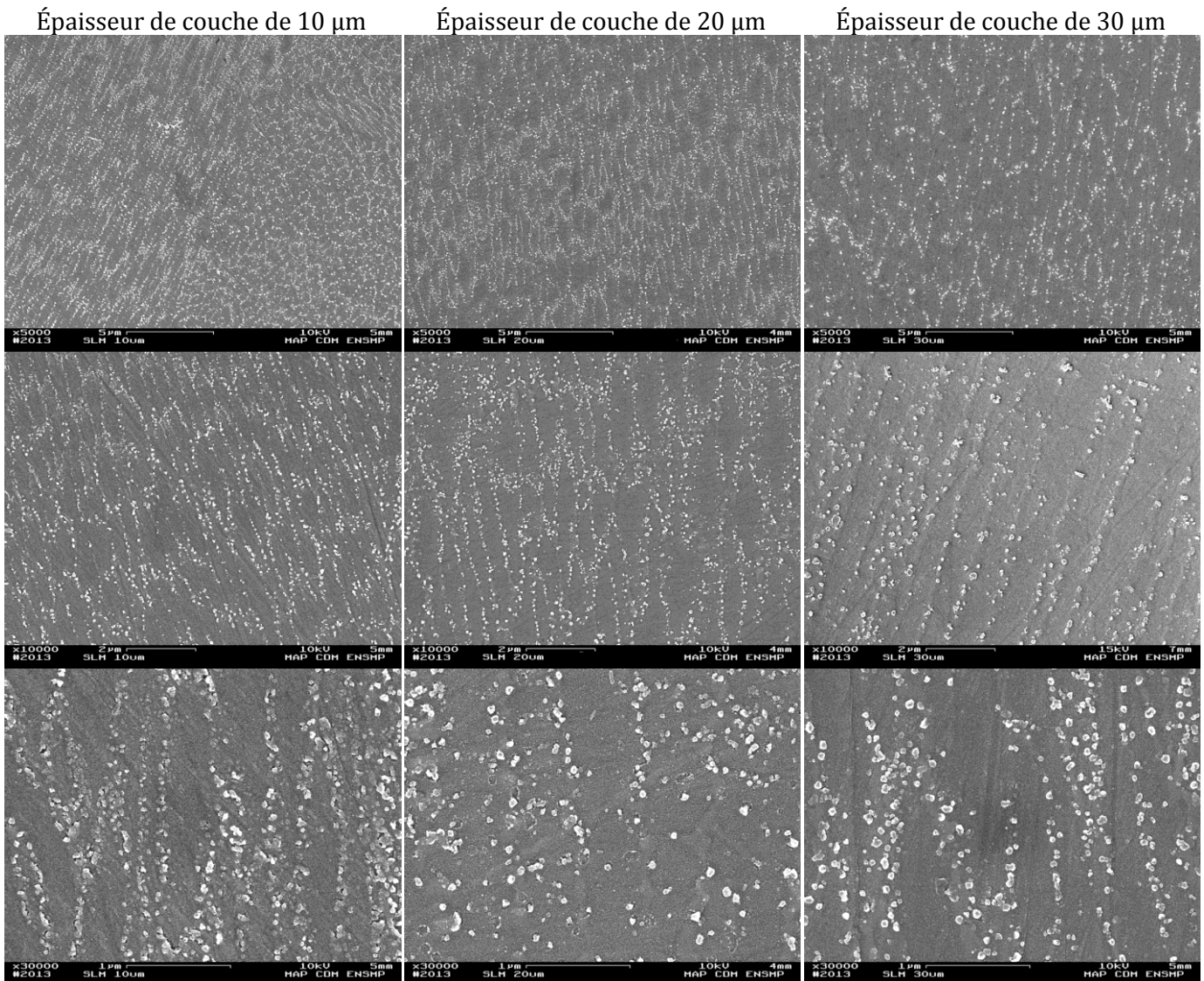


Figure 5.38 – Micrographies électroniques des échantillons bruts de SLM pour les trois épaisseurs de couches investiguées, après attaque électrolytique au sulfate de cuivre. Pour chaque échantillon, trois micrographies sont données et une ligne correspond toujours à la même échelle. De haut en bas, la barre d'échelle représente 5 μm , 2 μm et 1 μm .

L'espacement inter-dendritique primaire mesuré dans les trois échantillons est assez similaire à celui observé pour l'Inconel 625, c'est-à-dire compris entre 300 nm et 800 nm avec une moyenne à 550 nm ce qui permet de déterminer une vitesse de solidification sensiblement identique pour les deux alliages, comprise entre $7 \cdot 10^4$ K/s et $4 \cdot 10^6$ K/s (voir le paragraphe 4.3.4.2). La taille des carbures permet aussi d'estimer la vitesse de solidification de l'alliage. Liu et coll. [LIU94] présentent en effet une relation entre l'évolution de la taille de carbure et la vitesse de solidification jusqu'à 10^5 K/s. Une extrapolation de leur résultat permet d'évaluer, pour une taille de carbure d'environ 100 nm avec un écart-type de 45 nm et une taille maximale de 210 nm, une vitesse de solidification comprise entre $9 \cdot 10^4$ K/s et $1,3 \cdot 10^7$ K/s [ROY14]. Ces valeurs sont cohérentes avec celles obtenues par l'espacement inter-dendritique.

Aucune influence de l'épaisseur des murs n'est notée sur l'état de la précipitation et sur l'espace inter-dendritique primaire.

5.4.1.3. Analyse thermique différentielle

Dans la mesure où la vitesse de solidification de l'alliage après fusion laser est supérieure à celle de la poudre après atomisation, et que ce dernier procédé empêche une partie de la précipitation de la phase γ' , il est légitime de supposer que la fusion laser empêche une partie plus importante encore de la précipitation. Afin de confirmer cette hypothèse, une analyse thermique différentielle a été effectuée sur l'alliage brut de SLM avec toujours le même protocole que précédemment. Le thermogramme est donné à la Figure 5.39. Les quatre courbes sont similaires à celles déjà observées pour la poudre, avec l'évènement exothermique entre 500 °C et 700 °C pour le premier cycle de chauffe et le double évènement de dissolution des précipités γ' qui se transforme en évènement unique lors du second chauffage. Seulement, l'enthalpie du pic exothermique à basse température est maintenant évaluée à 56 kJ/kg alors qu'elle était évaluée à 37,8 kJ/kg dans la poudre. Ce thermogramme indique donc bien un retour à l'équilibre plus intense dans le matériau produit par SLM que dans la poudre, et qui est attribué à un déficit de γ' . Du fait de la valeur de l'enthalpie de relaxation, l'alliage est amputé d'environ 50 % de sa précipitation. Il est important d'insister sur le fait que cette estimation provient de l'échantillon entier, et tient donc compte de l'évolution de la microstructure avec les recuits successifs lors de la construction des différentes couches. Cette estimation inclut donc les éventuelles transformations à l'état solide. Afin d'observer l'effet seul de la vitesse de solidification sur l'état de précipitation, il faudrait extraire et analyser la couche supérieure, de quelques dizaines de microns.

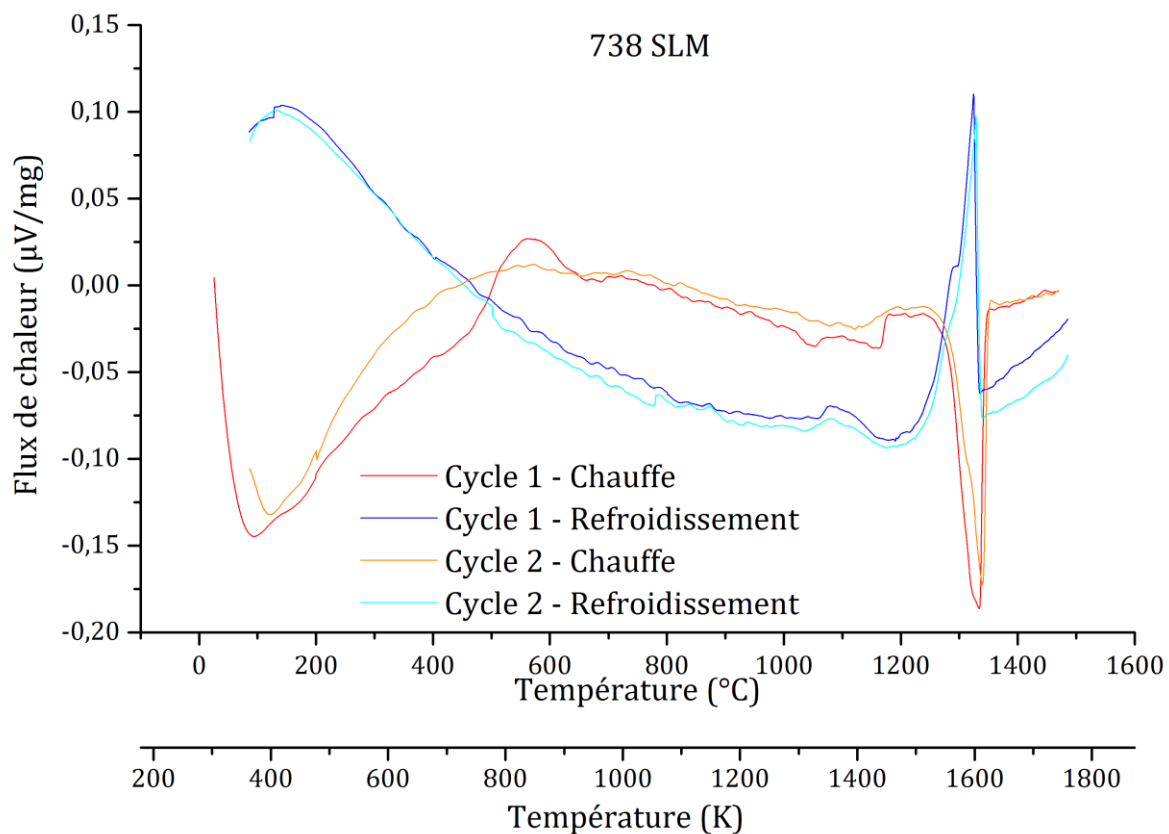


Figure 5.39 – Thermogramme de l'Inconel 738 produit par SLM.

5.4.1.4. Interruption de cycle et mesures de dureté

Le retour à l'équilibre de l'alliage produit par fusion sélective par laser peut aussi être observé par des mesures de dureté qui trahissent l'apparition de la phase durcissante. L'alliage brut de SLM présente une dureté de $387 \pm 14 \text{ Hv}_{0,2}$ qui est légèrement inférieure à celle de

l'alliage brut de fonderie mesurée à $409 \pm 11 \text{ Hv}_{0,2}$ et dont la microstructure présente une précipitation fine de γ' . La dureté de l'alliage SLM traduit essentiellement le durcissement par solution solide et non par précipitation.

Un cycle d'ATD sur un échantillon brut de SLM a été interrompu après un chauffage jusqu'à 700°C et un autre a été interrompu après un chauffage jusqu'à 1000°C puis refroidi à l'air pour tremper la structure. Le chauffage à 700°C permet de passer le pic exothermique et donc de prendre en compte le retour à l'équilibre. Le chauffage à 1000°C suivi d'une trempe permet d'observer l'état de précipitation juste avant les événements de dissolution des précipités. Les microstructures associées à ces deux échantillons sont données dans la Figure 5.40.

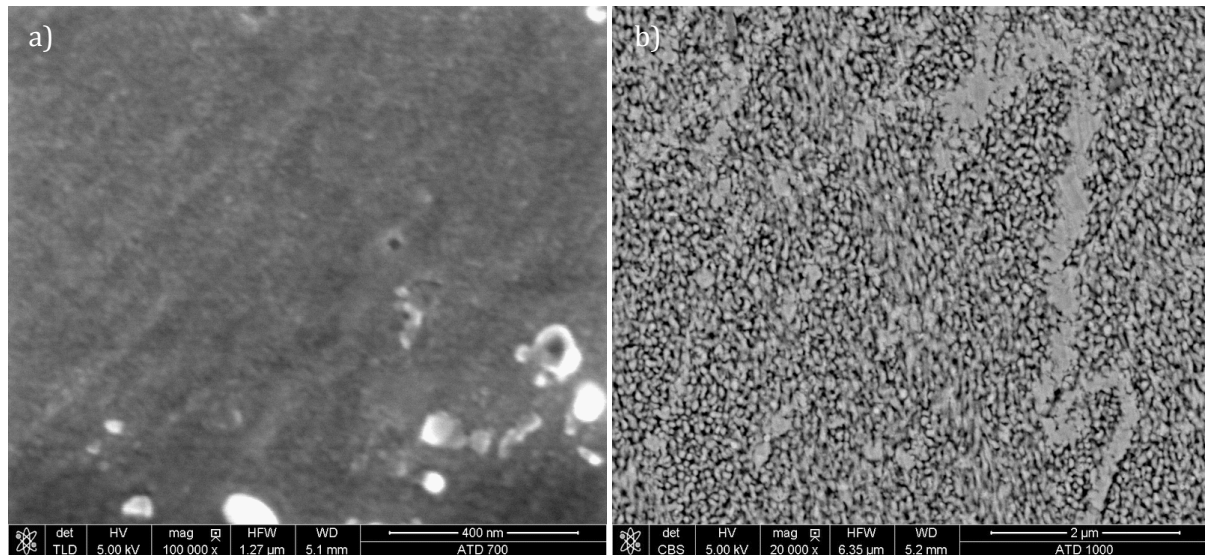


Figure 5.40 – Micrographies électroniques présentant l'état de précipitation d'un échantillon brut de SLM après un cycle d'ATD jusqu'à (a) 700°C par électrons secondaires et (b) jusqu'à 1000°C par électrons rétrodiffusés. Les précipités blancs sur (a) sont des carbures. Les barres d'échelles représentent respectivement 400 nm et 2 μm.

L'échantillon chauffé jusqu'à 700°C ne montre pas clairement une précipitation γ' malgré le fort grandissement du MEB. Pourtant, la dureté de cet alliage est de $487 \pm 7 \text{ Hv}_{0,2}$ ce qui représente 100 points de dureté supplémentaires par rapport à l'alliage brut de SLM. Cela traduit donc bien un effet de précipitation au sein de l'alliage, seulement cette précipitation est trop fine pour être observée par microscopie électronique à balayage.

L'échantillon chauffé jusqu'à 1000°C montre en revanche clairement l'état de précipitation. Celui-ci est composé de deux types de précipités γ' qui se distinguent notamment par leur taille : certains sont petits et de forme sphérique ou oblongue, tandis que d'autres, probablement précipités aux joints de grains, sont plus gros et plus continus. Un effet de composition n'est pas non plus à exclure du fait de la position de ces deux types de précipités, mais cet aspect n'a pas été observé ; les méthodes d'analyse traditionnelles de composition locale faisant intervenir la production de rayons X par interaction des électrons avec la matière ont une résolution volumique d'un micron cube ce qui est manifestement trop important pour ce type de phase. L'existence des deux types de précipités permet d'expliquer l'existence des deux pics de dissolution de la phase γ' observés sur le thermogramme. L'état de précipitation de cet échantillon est suffisamment fin pour induire un durcissement supplémentaire de l'alliage puisque la dureté monte à $546 \pm 10 \text{ Hv}_{0,2}$. Il est à remarquer que les carbures n'apparaissent plus sur la micrographie. Plutôt que d'avoir réellement disparus de la microstructure, ils sont probablement simplement occultés par les γ' devenus plus massifs.

Au final, la poudre d'Inconel 738 ainsi que l'alliage issu du procédé de fusion sélective présentent tous deux une précipitation γ' plus faible que ne le dicte la thermodynamique. En

outre, les précipités formés sont très fins. De ce fait, il semble peu probable que le faisceau laser induise une liquation importante de ces précipités. Associé au fait que l'alliage est peu durci par précipitation γ' lors du refroidissement, cela mène à penser que le mode principal de fissuration qui apparaît traditionnellement, et qui est la liquation constitutionnelle assortie d'un durcissement de la matrice, ne peut se développer pendant le procédé de fusion sélective. Ainsi, les fissures observées sur l'échantillon dont l'épaisseur de couche est de 30 μm proviendraient plutôt d'un problème de solidification notamment lié à l'intervalle de solidification important, supérieur à 140 °C car la vitesse de solidification est supérieure à 0,17 K/s. Il n'est pas à exclure l'existence d'une liquation des carbures, mais l'alliage ne développe probablement pas un manque de ductilité suffisant pour transformer cette liquation en fissuration.

5.4.2. Évolution de la précipitation γ' avec les traitements thermiques

5.4.2.1. Microstructure

La Figure 5.41 présente la microstructure des différents échantillons après les quatre traitements thermiques effectués. La sursaturation de la matrice en éléments constitutifs de la phase γ' , et notamment en aluminium, induit une précipitation γ' rapide et fine, comme il l'a été vu lors de l'étude bibliographique après une remise en solution à 1200 °C. Le traitement à 850 °C agit de la même manière sur l'alliage brut de SLM, et induit donc une fine précipitation. Le temps de maintien permet de faire évoluer les précipités. Au niveau des joints de grains et des zones inter-dendritiques la composition de l'alliage est modifiée du fait de la ségrégation, ce qui amène une évolution différente des précipités situés dans ces régions. Ceux-ci semblent en effet former une phase continue plutôt qu'une phase discrète globulaire. Cette évolution de la microstructure était déjà observée dans l'échantillon d'ATD dont le cycle fut interrompu à 1000 °C. Les deux microstructures sont d'ailleurs très semblables ; dans les deux cas les petits précipités ont une taille comprise entre 60 nm et 120 nm tandis que les phases continues ont une largeur comprise entre 300 nm et 400 nm.

Le traitement à 1120 °C permet de former des précipités cubiques de taille importante, supérieure à 500 nm. Or la remise en solution doit au contraire dissoudre les petits précipités formés, et à l'issue du refroidissement la microstructure devrait présenter une précipitation fine. Après les deux heures de traitement à 1120 °C, la température est tombée à 900°C après moins de 2 minutes et à 700 °C après un peu moins de six minutes, soit quatre minutes supplémentaires. Le temps de refroidissement est ainsi trop court pour induire un grossissement des précipités jusqu'à 500 nm depuis un état remis en solution. Ceci indiquerait plutôt que, à l'issue du procédé de fusion laser sélective, le traitement à 1120 °C permet de stabiliser les précipités et d'induire leur croissance. Dahlén et Winberg [DAH80] confirment cette hypothèse en effectuant, sur de l'Inconel 738 LC, des traitements de vieillissement à 1120 °C à l'issue d'une remise en solution à 1220 °C pour observer la cinétique de croissance des précipités γ' . Ainsi, la température de remise en solution standard devient une température de revenu, c'est-à-dire qu'elle stabilise les précipités, après un traitement induisant un état hors équilibre important comme un refroidissement rapide depuis une température supérieure ou égale à 1220 °C. Ceci est aussi confirmé par les thermogrammes, notamment celui de la Figure 5.39, qui présentent le second pic de dissolution des γ' après 1120 °C. Les précipités les plus fins se forment au refroidissement, majoritairement loin des gros précipités qui ont dépourvu leur voisinage en éléments formant γ' (Al et Ti notamment). Enfin, l'alliage présente aussi un début de formation de précipités étendus qui peut être le résultat de la microségrégation.

Le traitement de vieillissement appliqué à l'alliage remis en solution ne produit pas une croissance des précipités importante. Les précipités stabilisés à 1120 °C sembleraient plutôt s'arrondir. Toutefois, il est clairement observé le développement des phases continues qui ont été initiées à l'étape à 1120 °C. La Figure 5.40 (b) montre la formation de ces phases continues dès 1000°C.

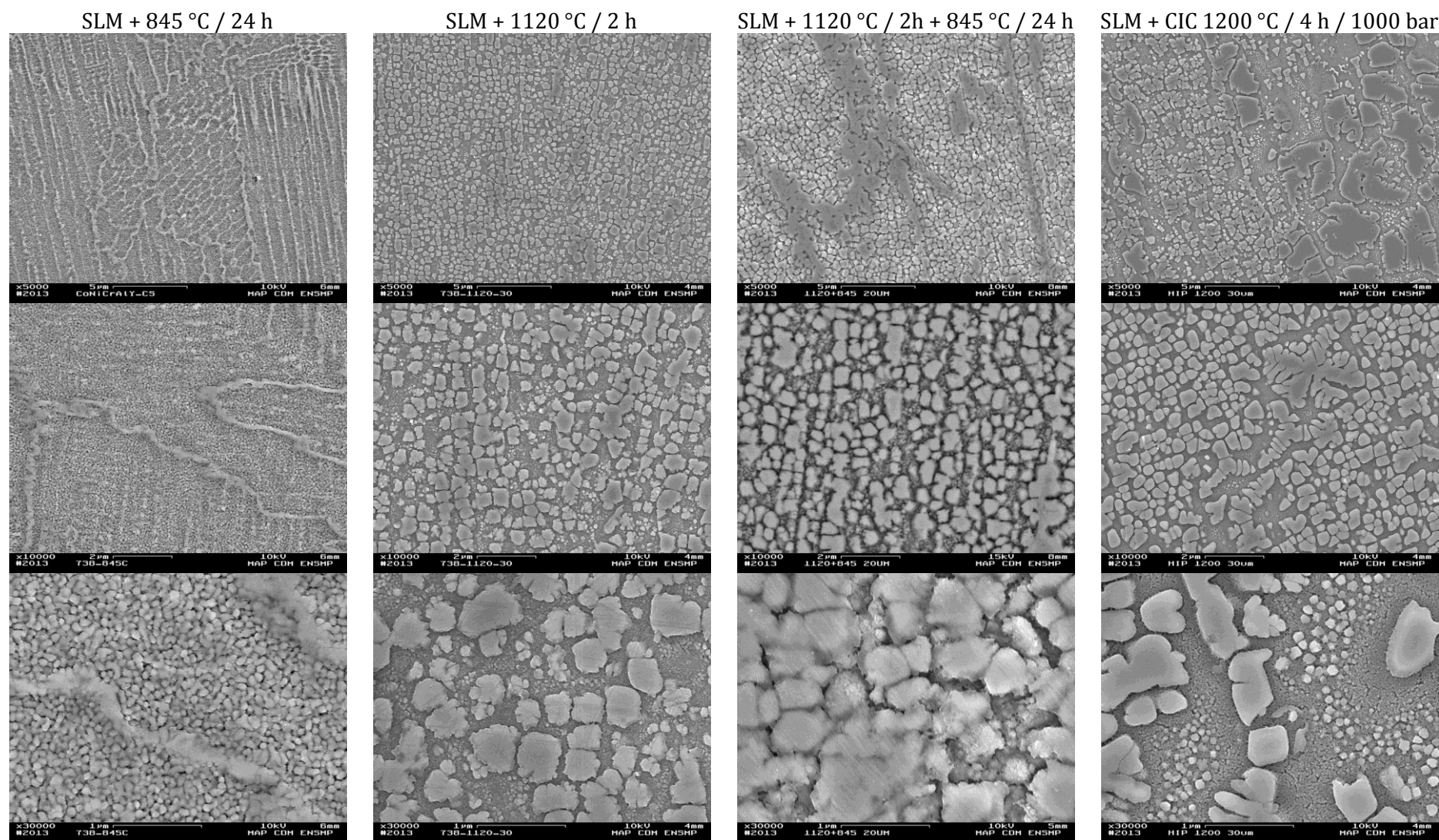


Figure 5.41 – Micrographies électroniques obtenues avec un détecteur d'électrons secondaires in-lens montrant l'état de précipitation dans l'Inconel 738 à la suite de différents traitements thermiques depuis l'état brut de SLM. Pour chaque échantillon, trois micrographies sont données et une ligne correspond toujours à la même échelle. De haut en bas, la barre d'échelle représente 5 µm, 2 µm et 1 µm

Enfin, la compaction isostatique à chaud (CIC) produit une microstructure assez similaire à celle du traitement à 1120 °C. Les précipités sont cependant plus arrondis et certains sensiblement plus gros avec une forme moins cubique, et le développement de phases continues est rare. De plus, l'alliage présente une population de petits précipités de l'ordre de la centaine de nanomètres. La vitesse de refroidissement après CIC est assez lente ; elle est linéaire entre 1200 °C et 700 °C et vaut 10 K/min. La température de 1200 °C doit normalement dissoudre toute forme de précipitation dans l'alliage et produire une microstructure avec une fine précipitation, si la vitesse de refroidissement est suffisante. Dans le cas présent, le refroidissement est trop lent pour produire une telle microstructure, mais il semble toutefois trop rapide pour produire une précipitation de phases pouvant faire plus de 4 µm de large. Le thermogramme de la [Figure 5.39](#) indique clairement que la précipitation a disparu à 1200 °C après un chauffage lent. Le chauffage du traitement de CIC est évalué à 5,5 K/min entre 100 °C et 1160 °C puis à 1,3 K/min jusqu'à 1200 °C ce qui constitue donc un chauffage lent. De fait, outre sa fonction de fermeture des pores, le traitement de CIC à 1200 °C permet de dissoudre les précipités γ' , notamment ceux formés au chauffage. Le refroidissement lent à 10 K/s permet la formation de précipités de taille sensiblement identique à ceux observés après le traitement à 1120 °C, avec toutefois une forme plus arrondie. Certains précipités sont plus gros mais dégénérés, avec une largeur de bras de dégénérescence similaire à celle des précipités susmentionnés. Les précipités les plus fins, présents encore une fois loin des gros, dans les zones non dépourvues d'éléments aluminium et titane se sont aussi formés pendant le refroidissement.

Les précipités de taille supérieure à 5µm, qui sont assez peu présents dans la microstructure générale, mais qui se répartissent de manière grégaire, peuvent être le fruit d'une ségrégation locale. Il n'est pas non plus à exclure un lien avec les joints de grains de recristallisation ou avec la pression appliquée qui pourrait favoriser la migration de certains éléments. Il est assez probable que ces gros précipités aient une composition différente des autres.

5.4.2.2. Mesures de dureté

La dureté des alliages obtenue après traitement thermique, et après interruption d'ATD, est donnée sur la [Figure 5.42](#) et s'explique facilement avec les microstructures et notamment la taille et donc la cohérence des précipités. Les mesures provenant des échantillons d'ATD sont reportée sur la figure mais ne seront pas rediscuteés.

Après le traitement à 845 °C, l'alliage présente une précipitation γ' fine et cohérente avec la matrice ; la dureté est significativement augmentée par rapport à l'alliage brut de SLM qui ne présente qu'une précipitation très limitée. Le traitement à 1120 °C produit une précipitation importante mais sensiblement moins fine : la dureté est réduite. La microstructure du traitement standard est assez similaire à celle du traitement de vieillissement ; la dureté est semblable. La valeur légèrement plus faible peut être attribuée à l'arrondissement des précipités. Enfin, le traitement de CIC s'accompagne de gros précipités et de précipités de taille moyenne tous incohérents avec la matrice ce qui réduit la dureté au même niveau que l'alliage brut de fonderie.

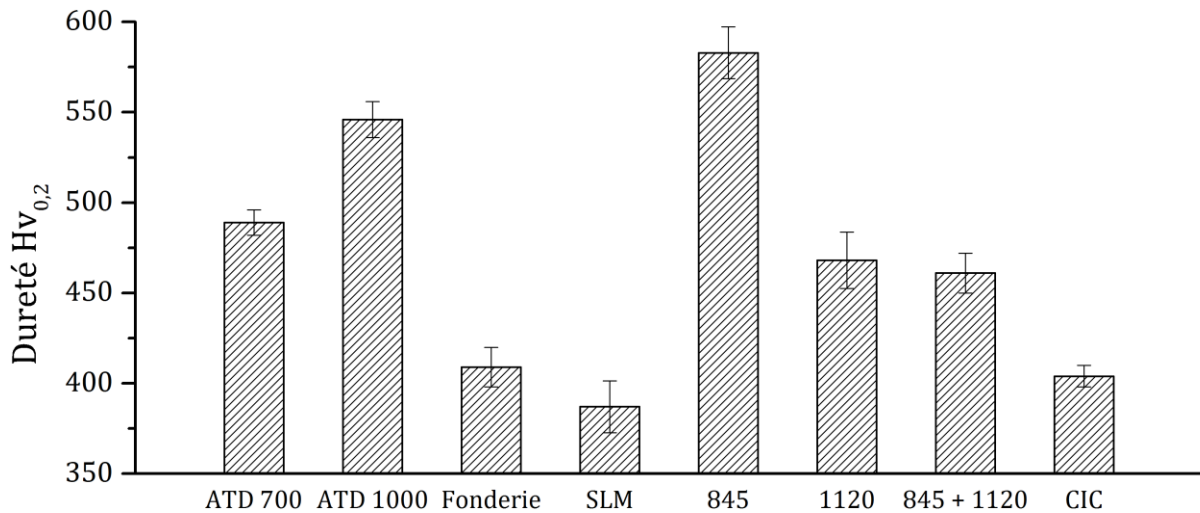


Figure 5.42 – Dureté de l’Inconel 738 élaboré par fonderie et SLM et après différents traitements thermiques depuis l’état SLM.

5.4.3. Analyse de la microstructure par diffraction d’électrons rétrodiffusés

5.4.3.1. Détermination de la texture et de la taille des grains par EBSD

Ce paragraphe présente les cartographies *EBSD* obtenues essentiellement sur les murs de 1 mm d’épaisseur. Le plan de coupe des échantillons permet d’observer les murs dans leur plus petite dimension et, à ce titre, les axes [010] et [001] formant le repère de l’échantillon sont inversés par rapport au cas de l’étude sur l’Inconel 625. En d’autres termes, ce qui était la direction transverse est devenue la direction normale, et réciproquement. Sur les cartographies *EBSD*, les joints de grains de désorientation comprise entre 15° et 70° sont matérialisés en noir tandis que ceux désorientés entre 10° et 15° sont figurés en gris.

La Figure 5.43 donne les cartographies observées sur les murs bruts de fabrication *SLM*, au niveau du pied et de la tête, pour les trois épaisseurs de couches différentes. L’indexation des couleurs est relative à la direction [100], c’est-à-dire que les grains rouges présentent un alignement de leur direction <001> avec la direction de fabrication de l’échantillon. Il peut d’ailleurs être observé que la quasi-totalité de la structure présente des grains de cette couleur. Ceci est vrai pour les grains au cœur des murs, ainsi que pour le support qui est un substrat produit par *SLM*. Au niveau du bord des murs, l’orientation cristalline est profondément changée après environ 300 µm au-dessus de la base du mur. En effet, les grains sont majoritairement verts, parfois bleus, indiquant une orientation sensiblement différente. Ceci est bien illustré par les figures de pôle inverse de la Figure 5.44 calculées pour le cœur du matériau et pour le bord. Les grains au bord présentent davantage un alignement de <100> avec [001] qu’avec [100] indiquant que le gradient thermique et le front de solidification étaient plutôt orientés horizontalement que verticalement.

En ce qui concerne la structure même des grains, tous les murs possèdent un arrangement similaire avec des grains sensiblement allongés dans la direction de fabrication. Les grains au cœur de l’alliage sont assez longs, pouvant faire jusqu’à 1 mm pour une largeur comprise entre 10 µm et 40 µm tandis que les grains au bord sont sensiblement plus larges, entre 110 µm et 150 µm pour une longueur ne dépassant pas 700 µm. La structure de grains produite sur ces murs est particulièrement colonnaire, mais est tout de même différente de celle observée sur l’Inconel 625.

La différence de forme et d’orientation des grains entre le cœur et le bord de l’alliage, qui traduit une hétérogénéité de microstructure, traduit l’existence du balayage de contour. Cette hétérogénéité de microstructure est aussi observée sur les murs de 6 mm d’épaisseur comme l’indique la Figure 5.43.

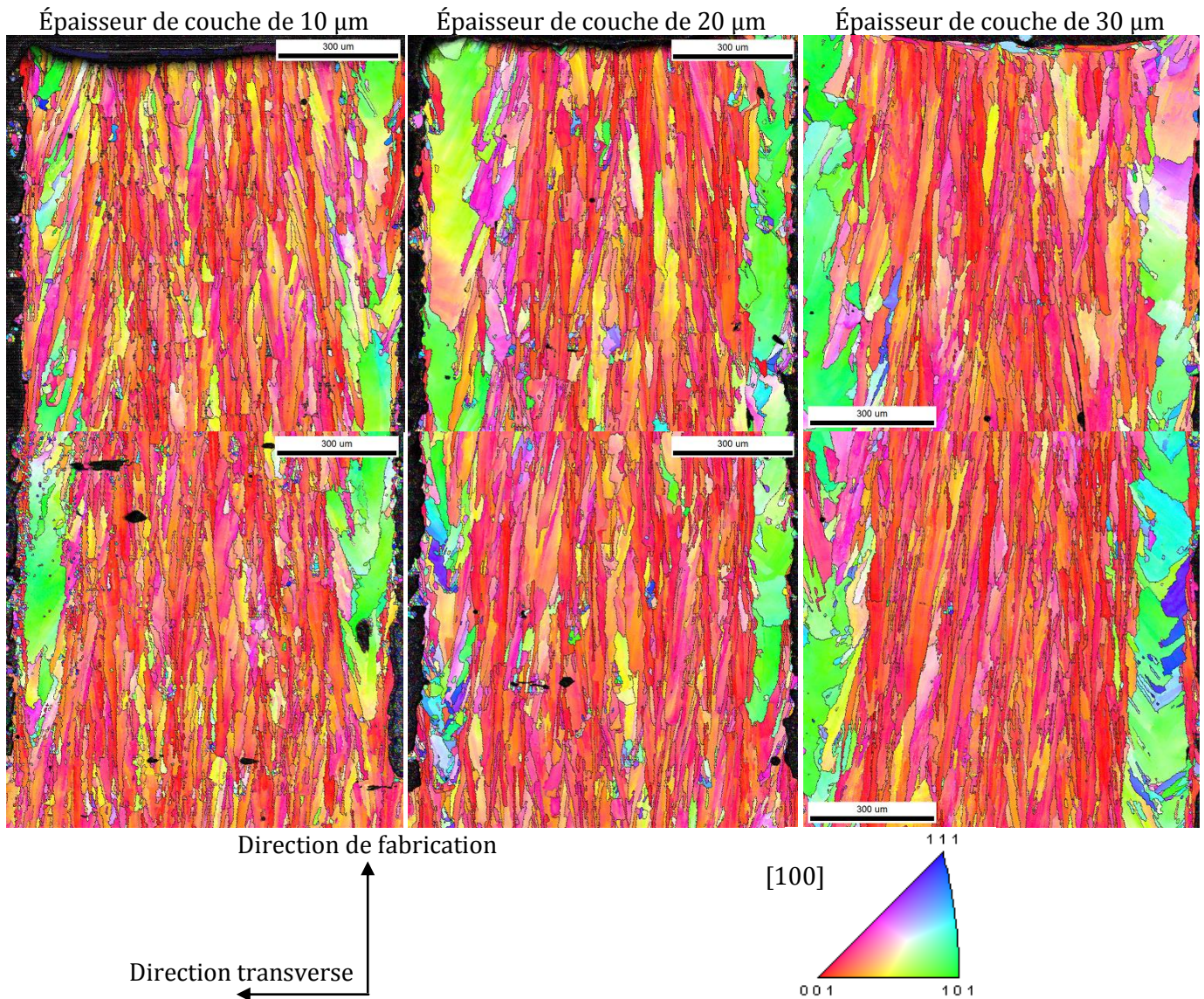


Figure 5.43 – Cartographies EBSD des murs de 1 mm d'épaisseur produits par SLM en Inconel 738 pour les trois épaisseurs de couches investiguées. L'indexation des couleurs, dont la légende est indiquée par le triangle stéréographique, représente les orientations cristallines alignées avec la direction de fabrication de l'échantillon [100]. Toutes les figures sont à la même échelle, et la barre représente 300 μm .

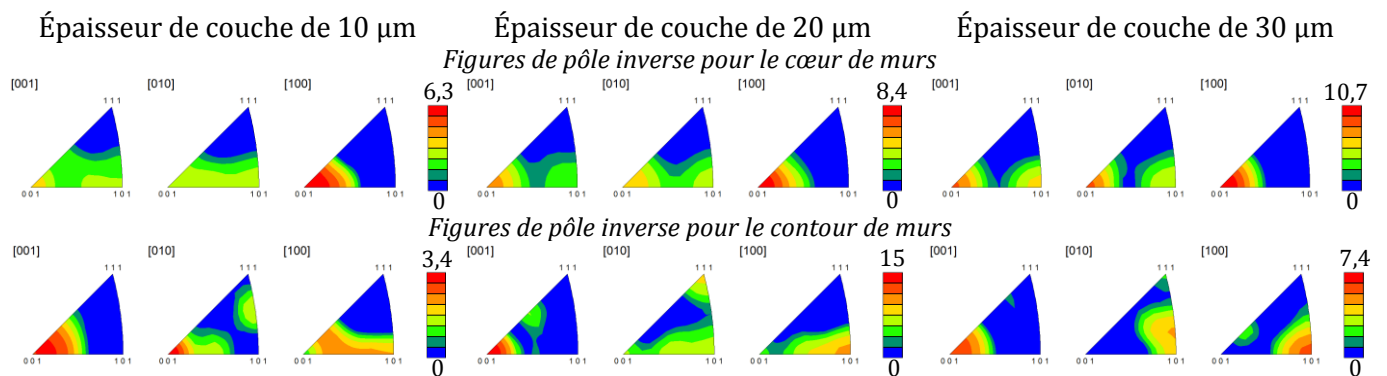


Figure 5.44 – Figures de pôle inverse pour le cœur et le contour des murs d'épaisseur de 1 mm pour les trois épaisseurs de couches considérées. Pour chaque groupe de trois, les figures de pôle inverse sont représentées, de gauche à droite, selon les directions [001], [010] et [100].

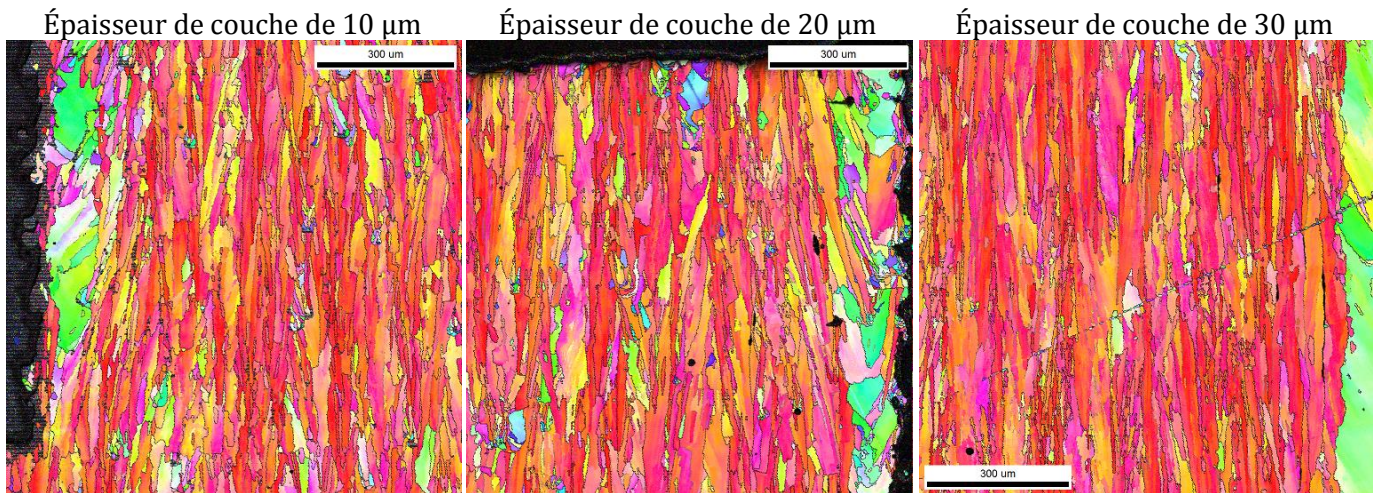


Figure 5.45 – Cartographies EBSD des murs de 6 mm d'épaisseur produits par SLM en Inconel 738 pour les trois épaisseurs de couches investiguées à différents endroits du mur. L'indexation des couleurs est identique à celle de la Figure 5.43, toujours selon [100]. Toutes les figures sont à la même échelle, et la barre représente 300 µm.

Il peut être remarqué, notamment sur les trois cartographies du mur à 10 µm, des groupements de petits grains fortement désorientés entre eux, c'est-à-dire de couleurs différentes. Ces grains traduisent la présence de particules non ou partiellement fondues. Les murs à 10 µm et 20 µm présentent aussi une structure de petits grains sur les faces latérales du fait du refroidissement rapide ou du collage de particules. Il est aussi intéressant d'observer pour les trois murs présentés, et plus particulièrement pour celui de 1 mm produit avec une épaisseur de couche de 30 µm (Figure 5.43), la présence de grains rouges à l'extrême bord, entre les grains du balayage de contour et la face latérale. Ceci montre que le balayage de contour fait suite au balayage de remplissage, et signale et que la microstructure de remplissage persiste localement.

Si les traitements thermiques à 845 °C et à 1120 °C permettent de modifier la microstructure au niveau de la précipitation de la phase γ' , ils ne semblent pas modifier significativement la forme et l'orientation des grains comme l'illustre la Figure 5.46.

Au contraire du traitement à 845 °C, de celui à 1120 °C et probablement de la combinaison des deux, non étudiée par EBSD, le traitement de compaction isostatique à chaud à 1200 °C induit une modification radicale des grains. Ceux-ci sont plus gros, de forme plus équiaxe, et l'orientation préférentielle est modifiée comme l'indiquent les cartographies et les figures de pôle inverse de la Figure 5.47. Après le traitement thermique de CIC, l'orientation préférentielle des grains du mur de 1 mm est différente de celle des grains du mur de 6 mm ce qui indiquerait finalement plutôt une annulation de toute texture cristallographique, en plus d'une annulation de la texture de grain. Le traitement de CIC permet donc de produire une recristallisation de l'alliage, qui s'effectuerait essentiellement au sein d'une matrice γ dépourvue de précipitation γ' . À 1200 °C, la recristallisation s'effectue rapidement, bien qu'il soit possible que le phénomène démarre plus tôt, et le maintien en température permet la croissance des nouveaux grains formés [DAH80][POR83]. L'influence de la pression sur la recristallisation reste difficilement évaluable.

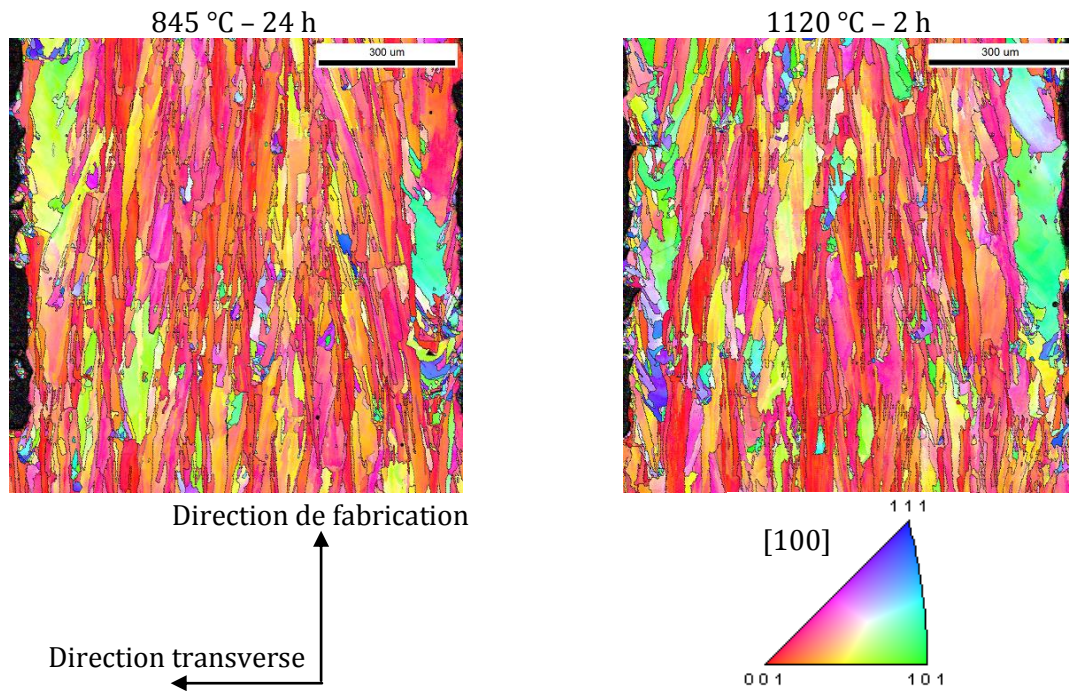


Figure 5.46 – Cartographies EBSD des murs de 1 mm d'épaisseur produits par SLM en Inconel 738 pour le mur de 1 mm de large produit avec une épaisseur de couche de 20 µm, après traitements thermiques à 845 °C et 1120 °C. L'indexation des couleurs est identique à celle de la Figure 5.43, toujours selon [100]. Toutes les figures sont à la même échelle, et la barre représente 300 µm.

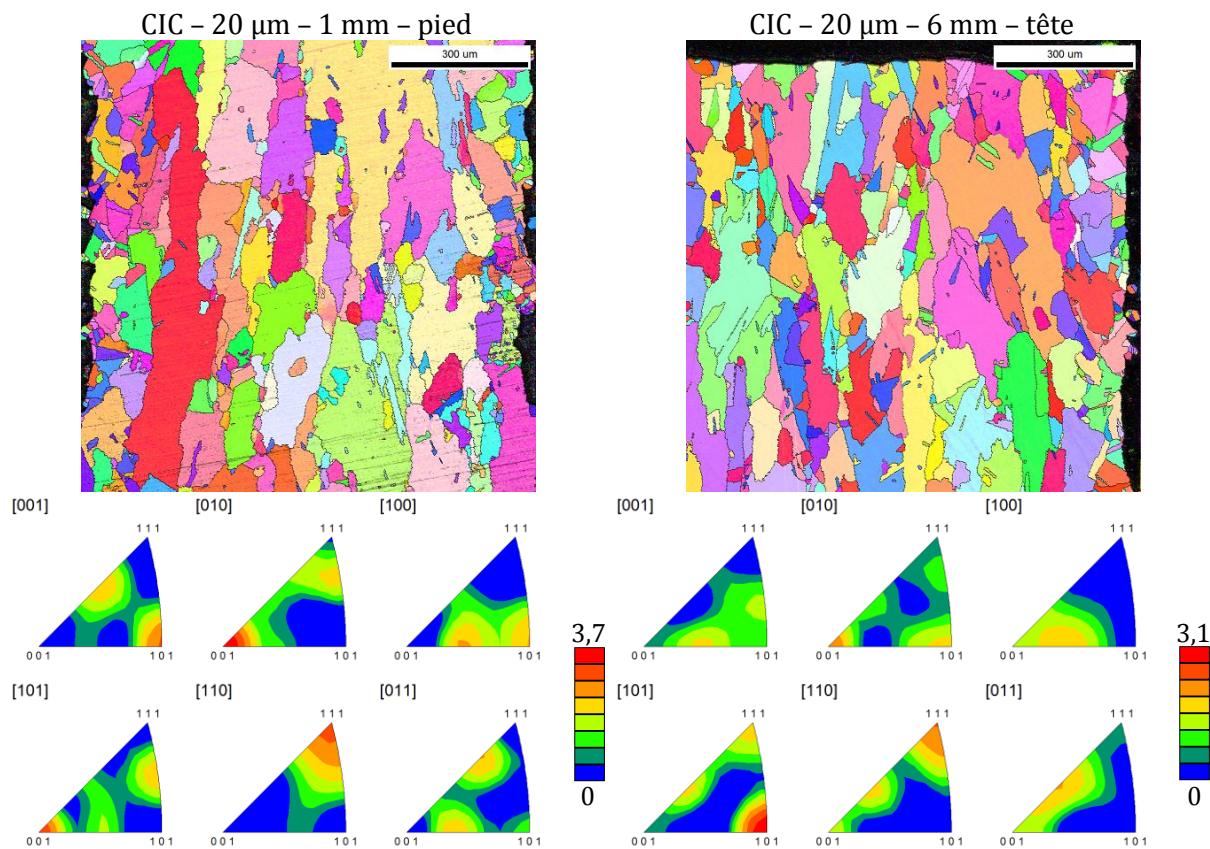


Figure 5.47 – Cartographies EBSD des murs de 1 mm de large produits par SLM en Inconel 738 avec une épaisseur de couche de 20 µm après traitement de compaction isostatique à chaud à 1200 °C. L'indexation des couleurs est identique à celle de la Figure 5.43, toujours selon [100]. Toutes les figures sont à la même échelle, et la barre représente 300 µm. Les figures de pôle inverse associées aux microstructures sont placées en dessous.

5.4.3.2. Commentaire sur la fissuration

Seul l'échantillon produit avec une épaisseur de couche de 30 μm présente des fissures. Ce sont les paramètres laser utilisés pour cette épaisseur de couches, et qui sont inconnus, qui ont favorisé l'apparition des fissures. Comme il l'a précédemment été écrit, il est peu probable que ce soit le mécanisme de liquation constitutionnelle de la phase γ' qui soit à l'origine de ces fissures.

De manière générale, la fissuration est plutôt observée sur les bords des murs (cf. Figure 5.34) et semble assez bien correspondre à l'interface entre les grains du balayage de remplissage et ceux du balayage de contour comme le montre la Figure 5.48.

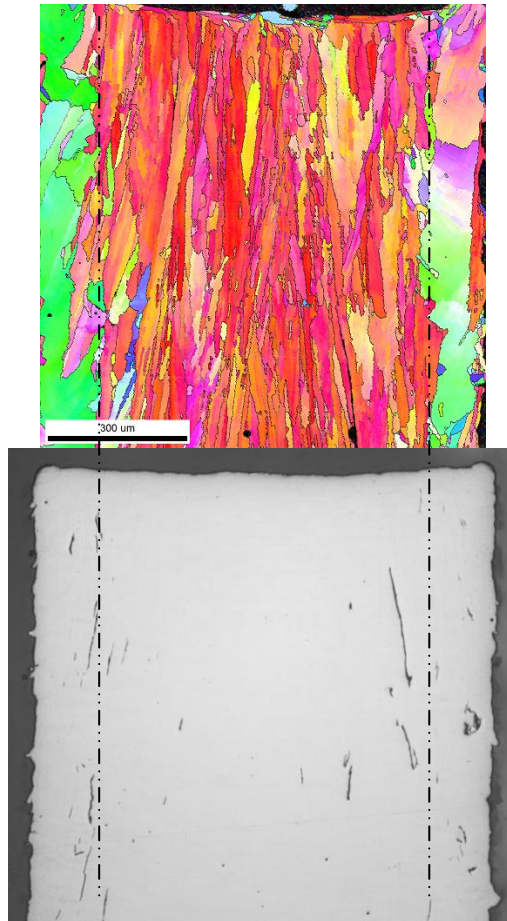


Figure 5.48 – Cartographie EBSD associée à une micrographie optique du mur de 1 mm d'épaisseur pour des couches de 30 μm , présentant une corrélation importante entre la fissuration et la microstructure produite par le balayage de remplissage et celui de contour. Les deux figures représentent le même échantillon.

Toutes les fissures ne sont cependant pas installées au niveau de ce changement de microstructure. En effet, la cartographie de la Figure 5.48 montre une fissure dans la zone de remplissage. La Figure 5.49 présente les cartographies d'orientation des grains autour de deux fissures. Ces cartographies indiquent clairement que la fissuration est intergranulaire. Pour les deux fissures représentées, la désorientation entre les grains est respectivement de 30° et de 20°.

Avec ces informations, il reste difficile de conclure sur l'origine de la fissuration. Il peut s'agir d'une fissuration à la solidification, induite par un refroidissement trop rapide, qui se propage plus ou moins dans le matériau avec les couches et les recuits successifs. Certaines fissures peuvent aussi résulter d'un manque de matière, ou d'une libération des contraintes avec

le cyclage thermique en des points vulnérables, ou encore d'une succession des deux, c'est-à-dire une ouverture entre les grains depuis un défaut sollicité en traction puis en compression.

Malgré tout, les résultats sur les murs à 20 μm montrent qu'il est possible de limiter la porosité et de supprimer l'apparition des fissures en maîtrisant les paramètres du procédé et en particulier l'apport d'énergie.

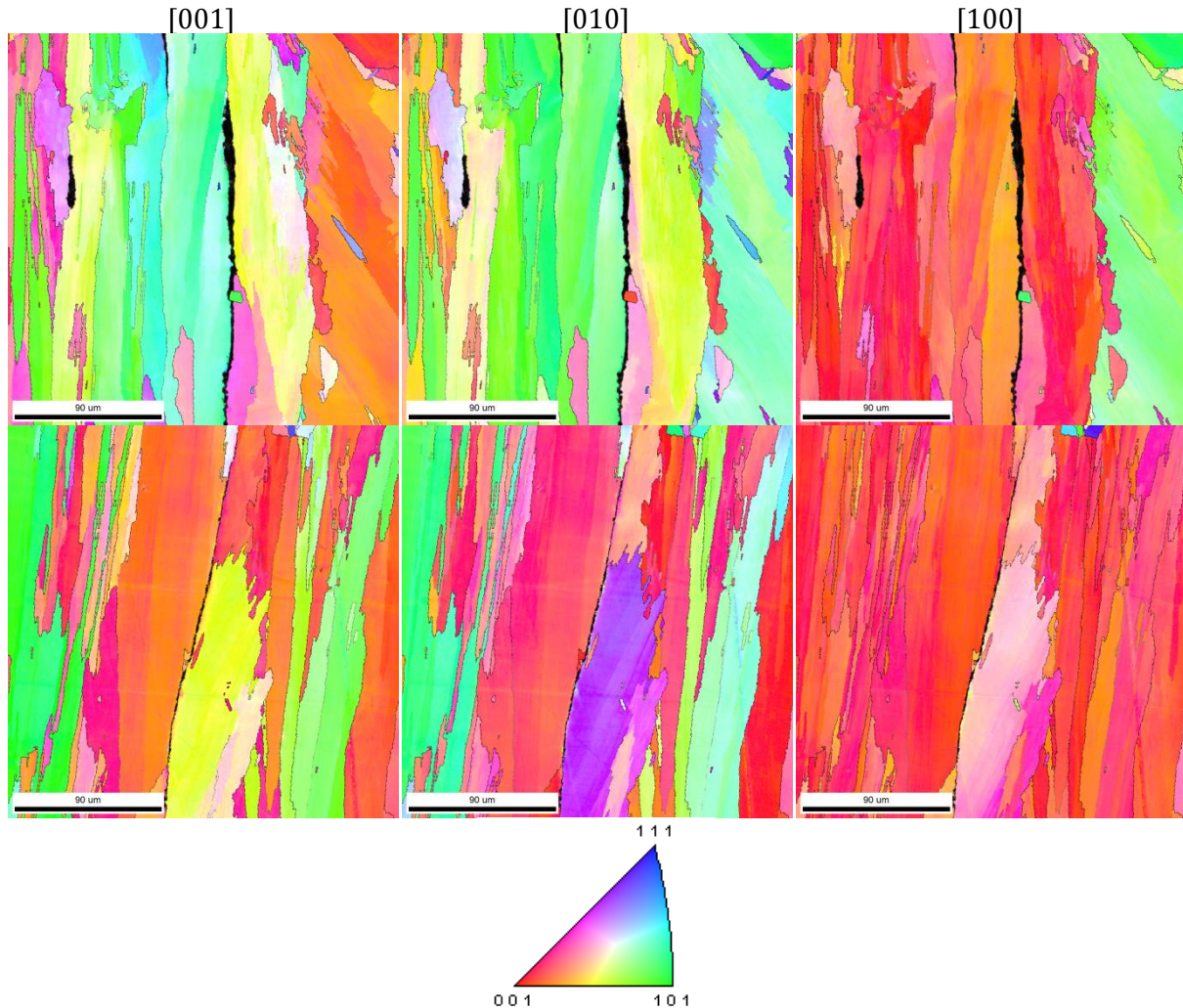


Figure 5.49 – Cartographies EBSD de fissures présentes sur des murs produits par SLM en Inconel 738 avec une épaisseur de couche de 30 μm . De gauche à droite, l'indexation des couleurs représentée par le triangle stéréographique est relative à la direction normale [001] du repère de l'échantillon, à la direction transverse [010] puis à la direction de fabrication [100]. Toutes les figures sont à la même échelle, et la barre représente 90 μm .

Après avoir étudié l'influence des paramètres de fabrication du procédé de fusion sélective par laser sur la microstructure de l'Inconel 625 et sur ses propriétés mécaniques, ce chapitre s'intéresse essentiellement à la microstructure produite pour un second superalliage à base nickel, l'Inconel 738. Cet alliage se différencie du premier notamment par sa teneur supérieure en aluminium et en titane, ce qui en fait traditionnellement un alliage susceptible à la fissuration à chaud du fait de la précipitation d'une phase γ' -Ni₃(Al,Ti). L'intérêt principal se porte sur cette phase et sur la métastabilité qu'elle induit à l'alliage pendant le procédé SLM.

La partie bibliographique s'intéresse longuement à cette phase et décrit sa précipitation ainsi que son évolution avec différents traitements thermiques. Il est observé qu'après l'élaboration par fonderie, l'alliage contient une précipitation importante de phase γ' représentant une fraction volumique proche de 45 %, ce qui correspond aux attentes thermodynamiques. Le refroidissement lent observé en fonderie permet aussi une certaine croissance des précipités, même si celle-ci n'est pas homogène car les précipités sont d'autant plus gros qu'ils sont proches des régions interdendritiques, c'est-à-dire des zones qui ont refroidi plus lentement et qui ont subi une ségrégation importante du titane. L'analyse thermique différentielle d'un tel matériau présente, pour un chauffage lent, un pic large de dissolution des précipités γ' autour du solvus théorique de l'alliage, avant le pic de fusion. La microstructure de l'alliage après fonderie ne convient pas pour obtenir une tenue mécanique en température suffisante pour les applications de l'alliage. Un traitement thermique dit de remise en solution est traditionnellement effectué à 1120 °C sur cet alliage afin de dissoudre complètement les précipités les plus fins et de dissoudre partiellement les plus gros pour remettre les éléments γ' -gènes en solution solide. La matrice γ se retrouve alors fortement sursaturée en éléments aluminium et titane qui ne demandent qu'à reprécipiter au refroidissement. Lorsque la vitesse de refroidissement est rapide et maîtrisée, la précipitation est fine et cohérente avec la matrice. Elle est d'autant plus fine que la vitesse de refroidissement est importante et que la température de remise en solution est élevée. En effet, une remise en solution à 1200 °C produit des précipités plus nombreux et plus fins qu'à 1120°C. La précipitation de cette phase semble d'ailleurs impossible à supprimer complètement. Après le procédé d'atomisation à l'argon, où la vitesse de solidification de la poudre est comprise entre 10⁴ K/s et 10⁵ K/s et même après le procédé de fusion sélective par laser, où la matière subit une solidification dont la vitesse est comprise entre 10⁵ K/s et 10⁷ K/s, l'alliage n'est pas exempt de précipités. Ces précipités n'ont toutefois pas été observés directement, ni dans la poudre, ni dans le matériau SLM, probablement du fait qu'ils sont trop fins pour une détection par microscopie électronique à balayage. Les analyses thermiques différentielles effectuées sur ces deux matériaux montrent très clairement un pic endothermique de relaxation de la matière entre 500 °C et 700 °C. Un tel pic avait déjà été observé pour l'Inconel 625, mais de manière moins intense. Ceci est attribué au fait que cet alliage ne présente pas de phase dont la cinétique de précipitation est importante. Ainsi, après atomisation à l'argon ou sur le matériau produit par SLM, il est possible d'induire, en chauffant, la précipitation de la phase γ' de l'Inconel 738 pour une température aussi basse que 500°C, bien loin du solvus de 1132 °C, ou du double solvus, au-delà de 1000 °C. Là encore, même sur un échantillon dont l'analyse thermique différentielle a été interrompue à 700 °C, l'observation directe de cette phase est difficile par microscopie électronique à balayage, et nécessiterait plutôt un microscope à transmission, mais des mesures de dureté prouvent la précipitation du fait d'un gain de dureté supérieur à cents points. De fait, même si le phénomène de précipitation ne semble pas pouvoir être évité, un refroidissement hors équilibre permet d'éviter son achèvement complet. Le matériau subissant un tel refroidissement se retrouve alors dans un état métastable : particules de poudre, cordon de soudure laser, alliage trempé après une remise en solution, etc. Ainsi, la poudre présenterait un déficit de précipitation d'environ 30 % tandis que l'alliage SLM présenterait un déficit d'environ 50 %.

Le retour à l'équilibre observé sur le matériau pour un chauffage dès 500 °C présente des conséquences importantes sur la possibilité d'utiliser un système de préchauffage pendant la fabrication additive. En effet, si la température de préchauffage est supérieure ou égale à 500 °C, la poudre d'alliage subit une transformation de phase à la fois en son sein et au niveau de sa surface. Ces modifications peuvent influencer, dans un sens comme dans l'autre, ses propriétés optiques et en particulier l'absorption du faisceau laser et l'énergie nécessaire à la fusion de la matière. La

modification de la surface des particules peut aussi influencer sa capacité d'écoulement lors de la mise en couche ainsi que la compacité du lit de poudre. Si la température est importante, il est aussi possible d'observer le frittage des particules. Ainsi, dans de nombreux cas, la poudre pourrait ne pas être utilisable plus d'une seule fois... Toutefois, le principal problème ne réside pas dans la poudre mais dans le matériau consolidé. Un préchauffage au-delà de 500 °C provoque la précipitation de la phase γ' qui peut durcir sensiblement l'alliage et poser des problèmes de fissuration à la solidification. Avec l'augmentation de la température, la précipitation et la croissance des précipités deviennent plus rapides et pourraient aboutir à une fissuration par liquation même s'il semble peu probable que les précipités puissent grossir suffisamment vite sur les dernières couches pour provoquer ce phénomène. Pour des constructions longues, supérieures à quelques dizaines de minutes, la croissance des précipités initiée au début du procédé induit un gradient de microstructure dans l'alliage qui dépend de la température de préchauffage. Les propriétés mécaniques évoluent dans la hauteur et les traitements thermiques ultérieurs peuvent provoquer un détensionnement hétérogène et donc des déformations voire une fissuration du fait d'un manque local de plasticité.

La partie bibliographique du chapitre explique aussi, après une large description de l'alliage, que la fissuration de l'Inconel 738 observée pendant une opération de soudage est le résultat de la liquation constitutionnelle de la phase γ' , préférentiellement aux joints de grains, pendant le chauffage rapide du matériau, associée au durcissement par précipitation de l'alliage re-solidifié. Or le phénomène de liquation constitutionnelle nécessite l'existence de précipités suffisamment gros pour qu'ils ne puissent pas se dissoudre dans la matrice avec le chauffage rapide. Il a été constaté, avec des analyses thermiques différentielles, que la poudre d'Inconel 738 et le matériau produit par SLM présentent un déficit important de précipitation γ' , et d'autant plus important que la vitesse de trempe du liquide est élevée.

Au final, ni le matériau de base du procédé, ni le matériau final ne semblent présenter une précipitation γ' suffisamment grossière pour induire la liquation constitutionnelle de cette phase. De ce fait, il peut être supposé que la fissuration de l'alliage ne peut se produire lors du procédé SLM puisque le mécanisme à son origine ne peut exister. La fabrication de certaines pièces, en l'occurrence celles avec une épaisseur de couche de 10 μm ou de 20 μm ne présentent pas de fissures. Il y a bien quelques défauts de fabrication, par exemple des manques de matière au niveau des inter-couches aboutissant à des cavités horizontales, ou des manques de fusion menant à une hétérogénéité locale de microstructure, notamment pour les pièces à 10 μm d'épaisseur de couche, mais la présence de fissure n'a pas été détectée. Ceci tend à confirmer l'hypothèse de la suppression du mécanisme de fissuration classique.

Lorsque certains paramètres de fabrication ne sont pas adaptés, et en particulier ceux liés à l'énergie et à la densité de puissance délivrées par le faisceau laser, l'alliage peut présenter des fissures. C'est le cas des murs produits avec une épaisseur de couche de 30 μm . Il est supposé que le mécanisme qui apparaît alors serait plutôt un mécanisme lié à la solidification trop rapide qui empêche l'alimentation en liquide au niveau des espaces inter-dendritiques. Certaines fissures peuvent produire un écart assez important entre deux grains et il n'est pas à exclure une fragilisation de l'alliage en certains endroits du fait de l'existence de défauts verticaux, qui favoriseraient l'ouverture de joint de grains lors du cyclage thermique. Le cyclage thermique s'accompagne de la répétition du cycle de dilatation et de contraction de la matière, c'est-à-dire du développement de contraintes de compression et de traction qui peuvent localement induire une concentration de contraintes importante et dépasser le seuil d'ouverture ou de propagation de la fissure.

La méconnaissance du faisceau laser et des paramètres de fabrication employés pour la production des murs d'Inconel 738 ne permettent pas de conclure précisément sur cette question ni d'estimer de critère pour éliminer la possibilité de fissuration. Il est aussi à mentionner que le balayage de contour n'est peut-être pas sans effet. Dans tous les cas, un traitement de compaction isostatique à chaud permet de refermer la plupart des porosités.

L'ajout de modes transverses au faisceau laser provoque l'addition de lobes au profil gaussien qui peuvent, avant le passage du pic de puissance, préchauffer la poudre localement et,

après le passage du pic de puissance, redonner un peu d'énergie. Ceci pourrait peut-être permettre de limiter l'intensité des gradients thermiques, donc de limiter l'intensité des contraintes développées et pourraient faciliter la solidification de l'alliage.

Ce chapitre présente aussi une étude de traitements thermiques sur le matériau brut de SLM. De manière évidente, les traitements thermiques à appliquer à cet alliage dépendent de la microstructure souhaitée. Un alliage à gros grains avec une précipitation fine peut être obtenu après un traitement à 1200 °C pendant quatre heures suivi d'un refroidissement lent. La taille des grains est probablement ajustable avec le temps de traitement. Si l'alliage présente des porosités importantes qu'il convient de supprimer, alors un traitement de compaction isostatique à chaud est envisageable à cette température, mais il devra être suivi d'un traitement de remise en solution à une température supérieure comme 1220 °C pour effacer la précipitation grossière. Un refroidissement rapide depuis un tel état sursaturé permettra une précipitation fine.

À l'issue de la remise en solution, il est possible de maîtriser la taille des précipités, en les faisant grossir, avec un revenu à une température adaptée pour l'usage de la pièce, de préférence au-dessus de la température d'usage afin de limiter la transformation des γ' pendant le service. Pour une température donnée, c'est le temps de traitement qui dictera la taille et la forme des précipités. Il reste à noter que, dans la mesure où l'alliage brut de SLM ne développe pas de gros précipités qui survivraient aux traitements thermiques, la microstructure classique présentant une population bimodale de γ'_I et γ'_{II} pourrait être difficilement obtenue sans impliquer une phase de grossissement des précipités au préalable, que ce soit par un traitement thermique supplémentaire ou un ajustement de la vitesse de refroidissement d'une étape.

Enfin, la diffraction d'électrons rétrodiffusés permet d'observer la structure des grains, c'est-à-dire leur forme, leur répartition et l'orientation préférentielle que le procédé a induit. Au niveau de la forme, les grains d'Inconel 738 sont très allongés dans le sens de fabrication en étant peu larges dans le sens transverse et en présentant une certaine désorganisation. En ce sens, ils se différencient des grains observés sur l'Inconel 625 avec une énergie surfacique faible ; l'organisation de ces derniers était plus géométrique. Les murs d'Inconel 738 ont été produits en utilisant une stratégie d'« apport minimum d'énergie », et le caractère allongé des grains rappelle aussi celui observé pour l'inconel 625 produit avec une faible énergie surfacique. Le contour de balayage utilisé pour l'Inconel 738 influence très fortement la microstructure en produisant des grains généralement plus courts mais sensiblement plus larges. En outre la re-fusion des grains produite par le balayage de contour change significativement l'orientation cristalline des nouveaux grains. Tandis que les grains de remplissage ont les directions $\langle 100 \rangle$ toujours alignées avec la direction de fabrication $[100]$, et parfois alignées en plus avec les directions transverses $[010]$ et normales $[001]$, les grains de contours ont systématiquement les directions $\langle 001 \rangle$ de leur maille cristalline orientées selon la normale à l'échantillon $[001]$, c'est-à-dire orientées suivant le sens de balayage du faisceau laser. De cette façon, les grains de contour de l'Inconel 738 ressemblent aux grains de l'inconel 625. Quant aux grains de cœur, cela indique qu'après le balayage de remplissage, l'Inconel 738 en fusion est moins sensible à l'anisotropie de la géométrie, donc est moins sensible au gradient thermique horizontal que l'Inconel 625. Cet effet proviendrait plus vraisemblablement du faisceau laser et de la stratégie de balayage que du matériau, comme le suggérerait la texture des grains de contour.

RÉFÉRENCES

- [ACA92] *Dictionnaire de l'Académie française, neuvième édition*, (1992-)
- [AHM06] N. Ahmed *et al.*, Analysis of material response to ultrasonic vibration loading in turning Inconel 718, *Materials Science and Engineering A* 424, 318–325, (2006)
- [AOK05] S. Aoki *et al.*, Reduction method for residual stress of welded joint using random vibration, *Nuclear Engineering and Design* 235, 1441–1445, (2005)
- [BAK83] Richard D. Baker *et al.*, Plutonium, A Wartime Nightmare but a Metallurgist's Dream, *Los Alamos Science*, 142-151, (Winter/Spring 1983)
- [CHA07] M.C. Chaturvedi, *Liquation Cracking in Heat affected Zone in Ni Superalloy Welds*, *Materials Science Forum* Vols 546-549, 1163-1170, (2007)
- [DAH80] M. Dahlen and L. Winberg, The influence of γ' -precipitation on the recrystallization of a nickel base superalloy, *Acta Metallurgica*, Vol. 28, 41-50, (1980)
- [DAN08] Yann Danis, *Étude de la soudabilité d'un superalliage base nickel fortement chargé en éléments durcissants titane et aluminium : l'Inconel 738*, Thèse Matériaux, Spécialité Mécanique et Ingénierie, Bordeaux : Ecole Doctorale des Sciences Physiques pour l'Ingénieur, 193 p., (2008)
- [DGT11] Dreyfus Global Trade, LLC, « *Formula 62* » *Matériel de Détente des Contraintes par Vibrations*, guide technique fournis par Dreyfus Global Trade, LLC, http://www.dreyfusglobal.com/downloads/industrial/sre/tech_guide_french.pdf, consulté le 7 avril 2011
- [DIN06] R.G. Ding, O.A. Ojo, M.C. Chaturvedi, *Fusion zone microstructure of laser beam welded directionnally solidified Ni₃Al-base alloy IC6*, *Scripta Materialia* 54, 859-864, (2006)
- [DUR98] Madeleine Durand-Charre, *The Microstructure of Superalloys*, Taylor & Francis Ltd, (1998), ISBN : 90-5699-097-7
- [DUR03] Madeleine Durand-Charre, *La microstructure des aciers et des fontes: genèse et interprétation*, Sirpe, (2003), ISBN 2-906-643-27-0
- [EGB10] A.T. Egbewande, R.A. Buckson, O.A. Ojo, *Analysis of laser beam weldability of Inconel 738 superalloy*, *Materials Characterization* 61, 569-574, (2010)
- [EIS91] H.L. Eiselstein and D.J. Tillack, The invention and definition of Alloy 625, *The Minerals, Metals & Materials Society*, 1991
- [FAV09] Denis Favez, *Soudage laser or-acier : métallurgie et procédé*, Thèse Matériaux, Programme doctoral en science et génie des matériaux, École
- [FER07] J.P. Ferte, *Assemblage métallurgique dans la construction des turboréacteurs*. Techniques de l'ingénieur, BM 7 778 :15, (2007)
- [HAH02] Wiliam F. Hahn, *Vibratory Residual Stress Relief and Modifications in Metals to Conserve Resources and Prevent Pollution, Final Report*, Alfred University – Center of Environmental and Energy Research (CEER), (2002)
- [KAR01] M. S. A. Karunaratine *et al.*, On the diffusion of aluminum and titanium in the Ni-rich Ni-Al-Ti system between 900 and 1200°C, *Acta Mater.* 49, 861-875, (2001)
- [KIM06] H. C. Kim, *et al.*, Microstructure Evolution with Solidification Rates in IN 738LC Superalloy, *Materials Science Forum* Vols 510-511, 450-453, (2006)
- [KLA03] Barney E. Klamecki, Residual stress reduction by pulsed magnetic treatment, *Journal of Materials Processing Technology* 141, 385–394, (2003)
- [GOE08] Lucas Goehring, *On the scaling and ordering of columnar joints*, Thèse, Université de Toronto, 172 p., (2008)
- [HAY08] Charles Hays, Size and Shape Effects for Gamma Prime in Alloy 738, *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol 17(2), 254-259 (April 2008)
- [HEN04] M.B. Henderson, D. Arrel, M. Heobel, R. Larsson, and G. Marchant, Based superalloy welding practices for industrial gas turbine applications, *Science and Technology of Welding and Joining*, Vol 9, No 1, 13-21, (2004)
- [KOU02] Sindo Kou et Warren E. Savage : *Welding metallurgy*. Wiley, Hoboken, N.J., 2ème édition, (2002)

- [KOU03] Sindou. Kou, *Solidification and liquation cracking issues in welding*, JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society, 55, 37-42, (2003)
- [KOU87] S. Kou, *Welding metallurgy*. Wiley, New York etc., (1987)
- [LAR66] Larousse 3 volumes en couleurs, tome II En - Nn, Librairie Larousse, 1966
- [LIU94] L. Liu, F. Sommer, H. Z. Fu, Effect of solidification conditions on MC carbides in a nickel-base superalloy in 738 LC, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Volume 30, pp. 587-591, (1994)
- [LU98] A. L. Lu *et al.*, Research on residual-stress reduction by strong pulsed magnetic treatment, *Journal of Materials Processing Technology* 74, 259-262, (1998)
- [MOS03] R.S. Moshtaghin, S. Asgari, *Growth kinetics of γ_2 precipitates in superalloy IN-738LC during long term aging*, Materials and Design 24, 325-330, (2003)
- [MUR86] Yoshinori Murata *et al.*, Effect of transition elements on the properties of MC carbides in IN-100 nickel-based superalloy, *Journal of Materials Science* 21, 3653-3660, (1986)
- [NEM12] F. Nematzadeh *et al.*, Effect of welding parameters on microstructure, mechanical properties and hot cracking phenomenon in Udimet 520 superalloy, *Materials and Designs* 36, 94-99, (2012)
- [OJa04] O.A. Ojo *et al.*, *Contribution of constitutional liquation of gamma prime precipitate to weld HAZ cracking of cast Inconel 738 superalloy*, Scripta Materialia 50, 641-646, (2004)
- [Ojb04] O.A. Ojo *et al.*, *Liquid film migration of constitutionally liquated γ' in weld heat affected zone (HAZ) of Inconel 738LC superalloy*, Scripta Materialia 51, 141-146, (2004)
- [OJO05] O.A. Ojo, M.C. Chaturvedi, *On the role of liquated γ' precipitates in weld heat affected zone microfissuring of a nickel-based superalloy*, Materials Science and Engineering A 403, 77-86, (2005)
- [OJO06] O.A. Ojo, N.L. Richards and M.C. Chaturvedi, Study of the Fusion Zone and Heat-Affected Zone Microstructure in Tungsten Insert Gas-Welded Inconel 738LC Superalloy, *Metallurgical and Materials Transactions A*, volume 37A, 421-433, (February 2006)
- [OJO07] O.A. Ojo, M.C. Chaturvedi, *Liquation Microfissuring in the Weld Heat-Affected Zone of an Overaged Precipitation-Hardened Nickel-Base Superalloy*, Metallurgical and Materials Transactions A, 38A, 356-369, (Fev. 2007)
- [PLA03] Aikaterini Plati, *Modelling of γ' precipitation in superalloys*, Thesis directed by Pr H.K.D.H. Bhadeshia and Dr Sourmail, University of Cambridge, (2003)
- [POR83] A. J. Porter and Brian Ralph, Recrystallization of a Nickel-base superalloy: Kinetics and Microstructural Development, *Materials Science and Engineering* 59, 69-78, (1983)
- [QUI39] Dictionnaire encyclopédique Quillet, publié sous la direction de Raoul Mortier, en 6 volumes, Tome IV : L - O, Librairie Aristide Quillet, (MCMXXXIX-1939)
- [RAG05] Raghavan V., *Al-Cr-Ni-Ti (Aluminum-Chromium-Nickel-Titanium)*, Journal of Phase Equilibria and Diffusion Vol. 26, No. 6, p. 635-637, (2005)
- [ROY14] [ROY14]
- [RUP86] Sylvie Rupp, *Étude de la solidification de superalliages base nickel type IN 100. Tendance à la formation de la microporosité*, thèse dirigée par Yves Bienvenu, spécialité science et génie des matériaux, École nationale supérieure des mines de Paris, 5 mai 1986
- [ScV09] Science et Vie, *Le mystère de la Chaussée des Géants a été élucidé*, n° 1098, p. 34, (mars 2009)
- [SRE11] Stress Relief Engineering Company, *Formula 62 : Resonant Vibration Method For Reducing Residual Stresses in Welded or Machined Fabrications*, document fournis par Stress Relief Engineering Company, <http://www.stressreliefengr.com/formula62.pdf>, consulté le 7 avril 2011
- [STE79] R.A. Stevens, P.E. Flewitt, *The Effects of γ' Precipitate Coarsening During Isothermal Aging and Creep of the Nickel-Base Superalloy IN-738*, Materials Science and Engineering, 37, 237-247, (1979)
- [SZC11] A. Szczotok, Quantitative evaluation of carbides in nickel-base superalloy MAR-M247, Technologies and Properties of Modern Utilised Materials, *IOP Conference Series : Materials Science and Engineering* 22, (2011)

- [TAa98] F. Tang *et al.*, Research on residual stress reduction by a low frequency alternating magnetic field, *Journal of Materials Processing Technology* 74, 255–258, (1998)
- [TAa98] F. Tang *et al.*, Effect of magnetic treatment on magnetostrictive behaviour of HT70 steel, *Materials Science and Engineering A* 248, 98–100, (1998)
- [TAN07] Franck Tancrét, Thermo-Calc and Dictra simulation of constitutional liquation of gamma prime (γ') during welding of Ni based superalloys, *Computational Materials Science* 41, 13-19, (2007)
- [TER06] Sofiane Terzi, *Comportement à haute température du superalliage Udimet 720 élaboré par métallurgie des poudres et optimisé pour la tenue en fluage*, Thèse Matériaux – Structure – Mécanique, Spécialité Science et Génie des matériaux, Toulouse : Institut National Polytechnique de Toulouse, 155 p., (2006)
- [THA97] Anuragh Thakur, *Microstructural responses of a nickel-base cast In-738 superalloy to a variety of pre-weld heat-treatments*, Manitoba : The University of Manitoba, 135 p., (1997)
- [VIT04] J.M. Vitek *et al.*, *Alloy development of Nickel-based superalloy weld filler metals using computational thermodynamics*, (2004)
- [WU02] S. Wu *et al.*, Micromechanism of residual stress reduction by low frequency alternating magnetic field treatment, *Materials Science and Engineering A* 328, 133–136, (2002)
- [YOS96] Yomei Yoshioka *et al.*, *Service temperature estimation for heavy duty gas turbine buckets based on microstructure change*, Proceeding of Superalloys 1996, The Mineral Metal and Materials Society, p. 173-179, (1996)

Éléments de réponse sur la pertinence énergétique du procédé SLM

6. ÉLÉMENTS DE RÉPONSE SUR LA PERTINENCE ÉNERGETIQUE DU PROCÉDÉ	270
6.1. ÉNERGIE NÉCESSAIRE AU PROCÉDÉ SLM	270
6.1.1. Le faisceau laser : rendement volumique de conversion	271
6.1.2. Le faisceau laser : rendement depuis l'énergie primaire	276
6.2. DÉMARCHE POUR LA COMPARAISON DE PLUSIEURS PROCÉDÉS	277
6.3. EXEMPLE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LE PROCÉDÉ SLS	278
RÉFÉRENCES	285

« Il est encore une erreur fort à la mode, de laquelle je veux me garder comme de l'enfer ; je veux parler de l'idée du progrès. Ce fanal obscur, invention du philosophisme actuel, breveté sans garantie de la Nature ou de la Divinité, cette lanterne moderne jette des ténèbres sur tous les objets de la connaissance ; la liberté s'évanouit, le châtimement disparaît. Qui veut y voir clair dans l'histoire doit avant tout éteindre ce fanal perfide. Cette Idée grotesque qui a fleuri sur le terrain pourri de la fatuité moderne, a déchargé chacun de son devoir, délivré toute âme de la responsabilité, dégagé la volonté de tous les liens qui lui imposait l'amour du beau : et les races amoindries, si cette navrante folie dure longtemps, s'endormiront sur l'oreiller de la fatalité dans le sommeil radoteur de la décrépitude. Cette infatuation est le diagnostic d'une décadence déjà trop visible » [...]

« Si une nation entend aujourd'hui la question morale dans un sens plus délicat qu'on ne l'entendait dans le siècle précédent, il y a progrès ; cela est clair. Si un artiste produit cette année un œuvre qui témoigne de plus de savoir ou de force imaginative qu'il n'en a montré l'année dernière, il est certain qu'il a progressé. Si les denrées sont aujourd'hui de meilleure qualité et à meilleur marché qu'elles n'étaient hier, c'est dans l'ordre matériel un progrès incontestable. Mais où est, je vous prie, la garantie du progrès pour le lendemain ? Car les disciples des philosophes de la vapeur et des allumettes chimiques l'entendent ainsi : le progrès ne leur apparaît que sous la forme d'une série indéfinie. Où est cette garantie ? Elle n'existe, dis-je, que dans votre crédulité et votre fatuité. »

CHARLES BAUDELAIRE, *Curiosités esthétiques*, Exposition universelle 1885

« L'homme moderne est esclave de la modernité : il n'est point de progrès qui ne tourne pas à sa plus complète servitude. »

PAUL VALÉRY, *Regards sur le monde actuel*, 1931

« L'homme sait assez souvent ce qu'il fait, il ne sait jamais ce que fait ce qu'il fait.

PAUL VALÉRY

6. ÉLÉMENTS DE RÉPONSE SUR LA PERTINENCE ÉNERGETIQUE DU PROCÉDÉ

Ce chapitre tente d'apporter des éléments de réponse sur la pertinence énergétique du procédé SLM en présentant une démarche de calcul et de prise en compte de l'énergie. Le développement se concentre principalement sur la détermination de l'énergie totale nécessaire au faisceau laser pour la fabrication d'une pièce, quelle qu'elle soit. Cette énergie utile sera rapportée à l'énergie primaire consommée pour en déduire le rendement volumique primaire du faisceau. Les moyens à disposition n'ont malheureusement pas permis d'étudier la consommation des autres éléments intervenant dans le procédé. Toutefois, une étude de cas comparative entre le procédé SLS et le procédé de moulage par injection sur la base d'une référence bibliographique sera présentée pour servir d'exemple à la démarche et au système de compte.

6.1. ÉNERGIE NÉCESSAIRE AU PROCÉDÉ SLM

Avant de pouvoir calculer l'énergie nécessaire au procédé, il faut borner le système, c'est-à-dire fixer les limites de l'étude. Cela permet de définir clairement les entrants qui sont pris en compte (ou non). Dans un premier temps, il est possible de borner le procédé aux quatre domaines suivants : la production du fichier *.stl*, la production d'argon, la production et l'utilisation du matériau et enfin l'assemblage de ces trois éléments par la machine. Il est alors possible de séparer chacun en différentes étapes auxquelles est attribuée une énergie de transformation. Ainsi, la production du fichier *.stl* suit les étapes suivantes :

- extraction de minerais ;
- transport de minerais ;
- fabrication des composants électroniques ;
- transport des composants ;
- assemblage des composants ;
- transport du système informatique ;
- formation et transport des informaticiens ;
- utilisation du système informatique pour produire un fichier CAO ;
- tranchage de l'objet CAO en fichier *.stl*.

Pour la fabrication et l'utilisation du matériau, il s'agit :

- d'extraire le minerai, ou le pétrole dans le cas de matière polymère ;
- le transporter vers les zones de raffinage ;
- fabriquer le métal (ou le polymère) à partir des matières raffinées ;
- transporter le métal ;
- produire la poudre ;
- transporter la poudre jusqu'au lieu d'utilisation ;
- transporter la poudre qui n'est plus utilisable, et qui doit être recyclée ;
- transporter la pièce finale jusqu'au lieu d'utilisation ;
- refondre la poudre à recycler ;
- prendre en compte l'utilisation de la pièce finale ;
- transporter la pièce usagée ;
- recycler la matière usagée ou s'en débarrasser en fin de vie.

La production d'argon suit les étapes ci-après. Les étapes de production des bonbonnes ne sont pas spécifiées dans la mesure où celles-ci peuvent servir plusieurs fois ; il est estimé que l'énergie nécessaire à leur fabrication rapportée au nombre d'usages n'est pas déterminante dans la production d'argon. Cette supposition reste toutefois à vérifier. Les étapes sont :

- liquéfaction de l'air et distillation cryogénique pour extraire l'argon ;
- remplissage des bonbonnes vides ;

- transport des bonbonnes pleines ;
- transport des bonbonnes vides.

Cette description est évidemment simplifiée et non exhaustive, elle ne détaille pas complètement ce qui se passe à chaque étape. Elle permet toutefois de comprendre en quoi consiste le travail et elle met en évidence l'importance capitale du transport, près d'une étape sur deux, dans le système (et donc dans les coûts).

Les bornes ainsi présentées excluent notamment l'énergie nécessaire à la fabrication de la machine, à la fabrication du dispositif laser, à la fabrication du système de pompage, au transport de tous ces éléments, au transport des individus qui ont participé à la réalisation de ces éléments, à la création du parc informatique ayant permis de réaliser ces éléments, à l'énergie électrique consommée par le parc informatique, aux infrastructures mises en place pour permettre la réalisation de tout cela, etc. La liste peut encore être longue, et dépend d'où sont placées les bornes du système. Généralement, plus les éléments pris en compte sont *loin* du sujet principal, et moins ils contribuent significativement au résultat, car ces éléments participent à d'autres usages.

Au niveau de l'utilisation du métal, il est à signaler que l'implication des procédés *SLM* et *SLS* nécessite une étape de transformation supplémentaire. En effet, il faut fabriquer la poudre, ce qui rajoute, au moins, une étape de transport par rapport aux procédés conventionnels.

Une fois l'argon, la poudre et le fichier *.stl* produits, il devient possible de démarrer le procédé. L'énergie totale consommée de manière directe par une machine *SLM* ou *SLS* est divisée en plusieurs composantes :

- l'énergie du faisceau laser ;
- l'énergie nécessaire au refroidissement de la cavité laser ;
- l'énergie nécessaire aux déplacements des pistons de fabrication et d'alimentation ;
- l'énergie nécessaire au déplacement du rouleau ;
- l'énergie nécessaire au chauffage du lit de poudre, le cas échéant ;
- l'énergie nécessaire au pompage de l'air et à la diffusion de l'argon ;
- l'énergie nécessaire à la lecture du fichier de trajectoires ;
- l'énergie nécessaire aux autres usages.

Parmi ces composantes, les deux premières sont fortement reliées au nombre de pièces produites par lot. Les autres composantes sont plutôt indépendantes du nombre de pièces présentes sur le plateau de fabrication. Il est donc évident que, d'un point de vue énergétique, et donc économique, il est préférable que le dépôt d'une couche serve à la construction de plusieurs pièces en même temps.

6.1.1. Le faisceau laser : rendement volumique de conversion

Comme il l'a été vu au chapitre 4, l'énergie totale utilisée par le laser pendant le procédé peut être facilement déterminée une fois que sont fixées la puissance du laser et sa vitesse de balayage. La seule donnée manquante est la longueur totale de balayage. Les logiciels de tranchage permettent de calculer les trajectoires du faisceau, ainsi que la distance totale qu'il parcourt pendant la construction d'une pièce. Le produit de l'énergie linéique par cette distance totale donne l'énergie totale nécessaire à la fusion de la poudre pour fabriquer la pièce tranchée.

L'orientation de la pièce peut être changée afin de réduire le nombre de couches nécessaires à sa fabrication. Le volume à construire ne varie généralement pas avec l'orientation, sauf dans le cas où la construction de supports devient obligatoire. À paramètres opératoires fixes, l'énergie nécessaire pour la fusion par le faisceau laser ne devrait donc pas être significativement modifiée par un changement d'orientation.

Le logiciel de tranchage rattaché à la machine Phénix ne donne pas directement la longueur parcourue par le faisceau laser. Il donne le temps total de construction t_{tot} . Ce temps est fonction du nombre de couches (donc de l'épaisseur des couches, ici fixée à 30 μm), et de la vitesse de balayage du laser. En notant n le nombre de couches, t_0 le temps de mise en couche, v la vitesse de balayage et L la longueur totale à parcourir par le faisceau, il vient :

$$t_{tot} = n t_0 + \frac{L}{v} \quad (6.53)$$

En connaissant le temps de fabrication d'une même pièce pour deux vitesses de balayage v_1 et v_2 , il est possible d'isoler le second membre du terme de droite. Ainsi :

$$L = \frac{t_{tot1} - t_{tot2}}{\frac{1}{v_1} - \frac{1}{v_2}} \quad (6.54)$$

Il devient alors tout à fait possible d'accéder à la longueur totale à parcourir. Cette démarche a été utilisée pour déterminer cette longueur avec trois géométries différentes et selon trois orientations différentes. La première géométrie est celle des pavés du chapitre 4, la deuxième est un cylindre de 10 mm de diamètre et de hauteur 30 mm et la dernière est une des géométries potentielles développées pour l'optimisation du blindage. Elles sont représentées sur la Figure 6.1. La deuxième orientation est prise à 45°. Cet angle correspond à l'inclinaison entre le plateau de fabrication et la surface plane la plus large pour les pièces parallélépipédiques. La dernière orientation, 90°, est celle où les pièces parallélépipédiques sont posées sur leur surface la plus large, et l'axe du cylindre est parallèle au plateau de fabrication.

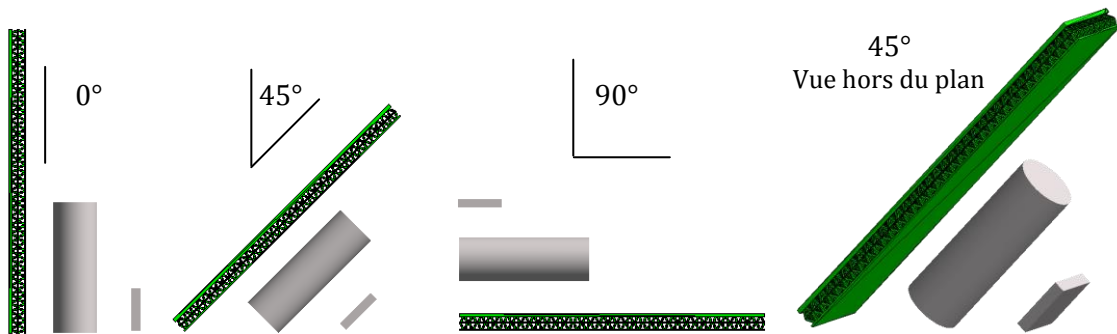


Figure 6.1 – Représentation des objets étudiés pour déterminer la longueur totale que doit parcourir le laser en fonction de l'orientation.

Le tableau suivant montre, pour chacune de ces géométries et orientations, le temps total de construction pour les deux vitesses de balayage 100 mm/s et 1000 mm/s, sans tenir compte du contour. La dernière colonne donne la longueur à parcourir par le faisceau pour ces constructions. Il apparaît clairement que cette longueur varie très peu avec l'orientation. La différence entre chaque valeur d'une même géométrie n'excède pas 0,5 %. Au passage, en connaissant le nombre de couches à fabriquer pour une pièce, par exemple 333 pour la première ligne du tableau, il est facile de remonter au temps nécessaire à mettre en place un lit de poudre. Celui-ci est évalué à 15 secondes sur la machine Phénix PM100.

Forme	Orientation (°)	Temps à 100 mm/s (s)	Temps à 1000 mm/s (s)	Longueur de trajet du faisceau (mm)
Pavé	0	5661	5061	66667
	45	5061	4461	66667
	90	1675	1072	67000
Cylindre	0	22803	15780	780333
	45	22366	15345	780111
	90	12840	5820	780000
Éprouvette	0	42487	35771	746222
	45	33623	26906	746333
	90	9435	2685	750000

Tableau 6.1 – Tableau donnant la longueur que doit parcourir le faisceau laser pour trois géométries en fonction de l'inclinaison. Le temps de balayage, référencé simplement par *temps*, considère qu'il n'y a pas eu de balayage pour faire le contour de la pièce.

Ainsi, il semble raisonnable de penser que, de manière générale, l'orientation ne modifie pas la dépense énergétique associé au fonctionnement du laser. Toutefois, l'orientation joue sur le nombre de couches et un nombre restreint de couches à fabriquer indique une fabrication plus rapide de même qu'une utilisation d'énergie moindre pour déplacer les pistons et le rouleau, pour chauffer le lit de poudre, refroidir le système laser, mettre en circulation l'argon, etc. Il est à rappeler que le procédé *SLM* produit des structures anisotropes fortement texturées qui peuvent limiter la liberté d'orientation de construction, sous peine de devoir passer par un ou plusieurs traitements thermiques ultérieurs.

L'étude paramétrique du chapitre 3 a montré que le rendement énergétique de fusion du faisceau laser pour une surface était au maximum de 35 % pour une surface propre et une énergie surfacique faible (2,05 MJ/m² pour P154_V750_δ100).

Dans le chapitre 4, la prise en considération de la hauteur de la construction aboutit, à l'aide de calculs simples pour la géométrie pavé, à un rendement théorique sensiblement inférieur, égal à 11 %. Cette différence entre les résultats expérimentaux sur surfaces et la théorie pour le volume, provient du fait que la zone de fusion est suffisamment profonde pour fondre deux couches. Dans le cas de la construction en hauteur, l'énergie servant à fondre deux couches inférieures ne participe pas au rendement. Ainsi, le rendement est diminué de deux tiers. Il est possible d'évaluer le *rendement volumique* expérimental en divisant le rendement surfacique par le nombre de couches refondues, qui peut être déterminé à l'aide de la profondeur de fusion. Le tableau suivant présente quelques valeurs calculées ainsi. Elles sont comparées avec celles théoriques du chapitre 4. Les valeurs correspondent bien.

Paramètres du pavé	Rendement volumique d'après le chapitre 4 (%)	Rendement volumique calculé à partir de la profondeur de fusion (%)
P79_V100_δ50	1,6	1,7
P79_V500_δ50	7,9	6,4
P120_V250_δ100	5,2	3,3
P120_V500_δ50	5,2	4,4
P154_V750_δ100	12,1	11,1

Tableau 6.2 – Rendements énergétiques théoriques sur le volume des pavés, calculés lors du chapitre 4 et rendements énergétiques expérimentaux calculés pour un volume en tenant compte de la profondeur de fusion des surfaces et du rendement énergétique de ces surfaces, déterminés dans le chapitre 3.

Cette profondeur de fusion est peut-être dommageable pour le rendement énergétique en volume, mais elle permet d'assurer une bonne liaison métallurgique entre les couches, et donc participe à la tenue mécanique. En outre, le rendement énergétique augmente lorsque le faisceau laser est absorbé par le mode en trou de serrure. Dans ce cas-là, la profondeur de fusion est généralement importante.

Finalement, une profondeur de fusion importante traduit un rendement énergétique relativement élevé pour la fabrication d'une couche, mais réduit ce même rendement à l'échelle du volume. Il s'agit donc de déterminer des paramètres opératoires montrant une bonne absorption du faisceau laser de la part du matériau sans que l'énergie utilisée ne soit trop importante, de manière à limiter la profondeur de fusion. C'est l'objectif qui a été atteint à la fin du chapitre 3.

La Figure 4.14 présentait l'évolution du rendement énergétique sur le volume du pavé en fonction de l'énergie surfacique pour différents paramètres utilisés. La Figure 6.2 reproduit cette figure et y ajoute les résultats expérimentaux.

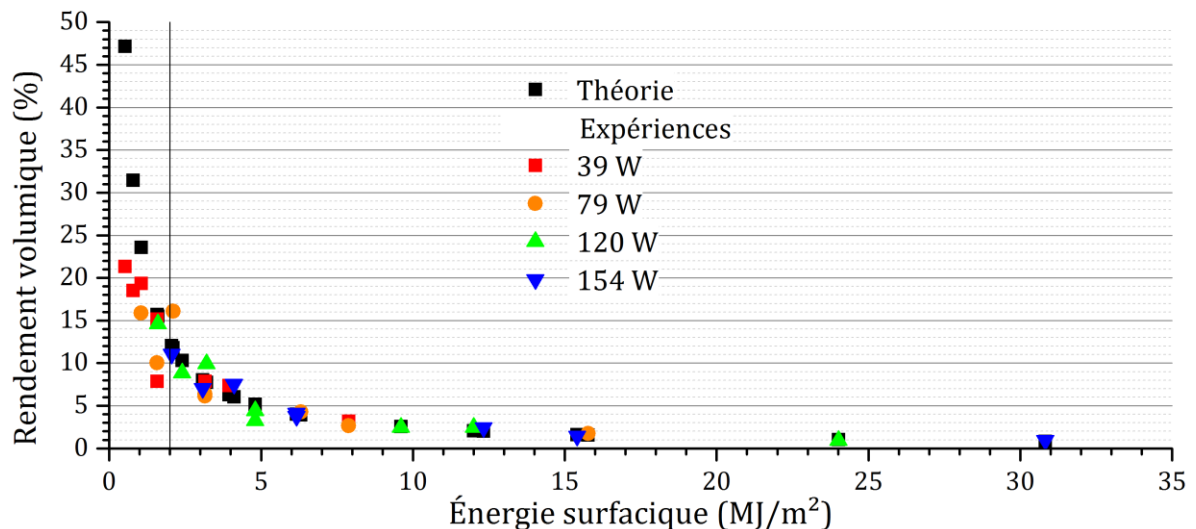


Figure 6.2 – Rendement volumique en fonction de l'énergie surfacique pour la géométrie pavé. Les résultats théoriques et expérimentaux sont représentés et montrent un bon accord.

Hormis pour les énergies surfaciques inférieures à 2 MJ/m², c'est-à-dire celles qui ne permettent pas d'obtenir des surfaces propres, les deux méthodes de détermination du rendement volumique sont en très bon accord.

La distance totale que parcourt le faisceau laser dépend de l'épaisseur des couches et de l'écart vecteur. À l'aide de la méthode employée précédemment, il est possible de déterminer la longueur de parcours du laser pour différents écart-vecteurs avec le logiciel de tranchage. Pour les trois objets étudiés, les valeurs d'écart-vecteur choisies sont 25 µm, 50 µm, 75 µm et 100 µm. Le produit de la longueur et de l'énergie linéique permet de calculer l'énergie totale apportée par le laser. Il est donc possible, pour chaque géométrie, d'évaluer le rendement énergétique volumique attendu en fonction des paramètres d'entrée que sont le matériau, la puissance du laser et sa vitesse de balayage, ainsi que l'écart-vecteur. La donnée concernant l'épaisseur de couche est incluse dans la distance totale à parcourir. La Figure 6.3 montre pour chaque géométrie le rendement énergétique volumique en fonction de l'énergie surfacique apportée.

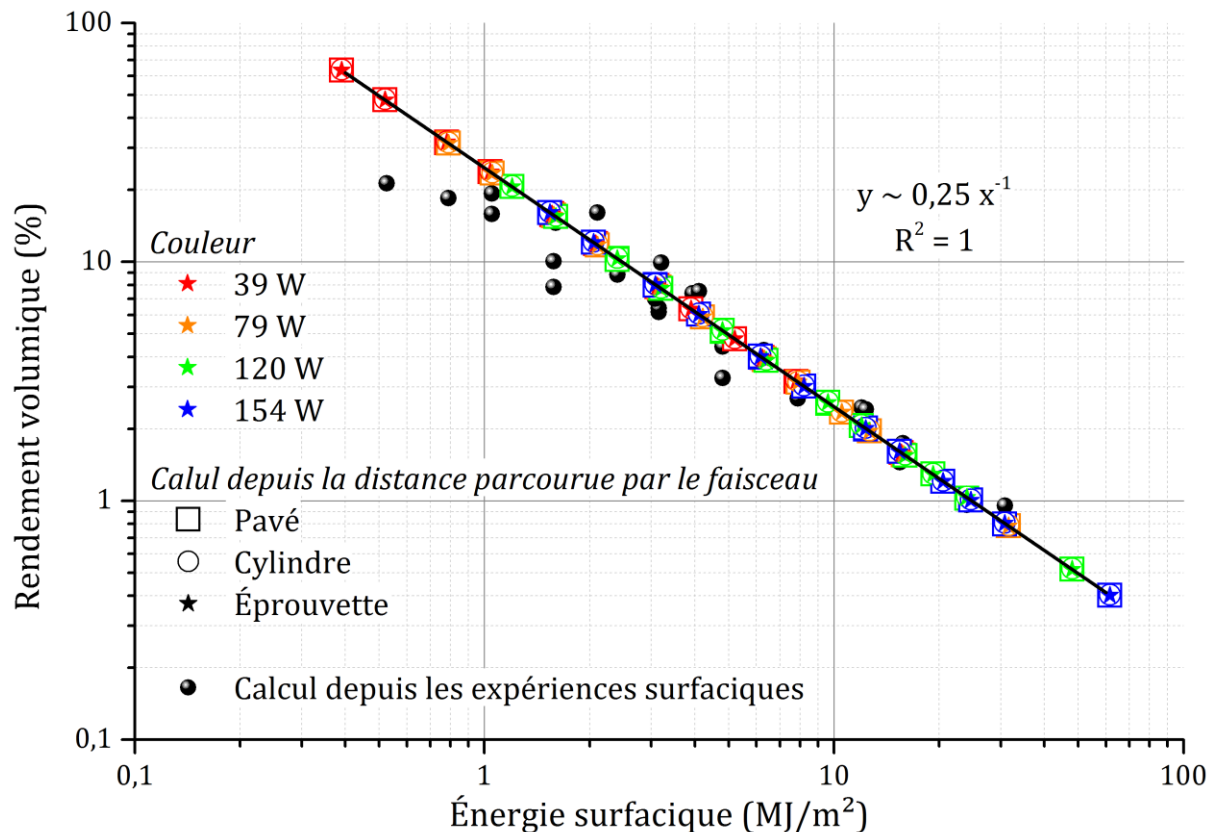


Figure 6.3 – Évolution du rendement énergétique volumique en fonction de l'énergie surfacique pour les trois objets étudiés. L'évolution du rendement volumique expérimental à partir des surfaces est aussi donnée. La longueur à fondre a été déterminée à partir de couches de 30 μm et des orientations à 0° (verticales).

Pour toutes les géométries, le rendement volumique évolue de manière inversement proportionnelle à l'énergie surfacique. De plus, quelle que soit la géométrie, une même énergie surfacique utilisée aboutit à un même rendement volumique. Ce résultat ne tient pas compte d'un éventuel contour de la pièce qui, généralement, est fait avec des paramètres (P, v) différents de ceux pour le cœur. Il est toutefois peu probable que le contour influence sensiblement le comportement observé.

Encore, une fois, les points expérimentaux s'écartent du comportement attendu pour les énergies surfaciques inférieures à 2 MJ/m^2 .

Ce qu'indique ce graphique en particulier, c'est qu'il est illusoire d'attendre un rendement énergétique bien supérieur à 10% sur n'importe quelle construction en volume avec une épaisseur de couche de 30 μm . Avec des épaisseurs de couches de 60 μm voire 100 μm , il serait possible d'au moins doubler ces 10 % à 2 MJ/m^2 comme le montre la Figure 6.4. Toutefois, avec une épaisseur de lit de poudre supérieure à 30 μm , il faudrait une énergie surfacique supérieure à 2 MJ/m^2 pour produire une surface propre et un volume sain. Cette limite d'énergie surfacique n'a pas été déterminée pour 60 μm et 100 μm . Dans la mesure où le phénomène d'absorption est un phénomène exponentiel et non linéaire, il est raisonnable de prévoir une énergie surfacique supérieure à 4 MJ/m^2 pour des couches de 60 μm et supérieure à 6,7 MJ/m^2 pour des couches de 100 μm . Ceci aurait plutôt tendance à diminuer le rendement volumique du faisceau, mais l'énergie gagnée par rapport au nombre de couches peut être significativement plus intéressante.

Il est à noter que cette figure présente des rendements théoriques supérieurs à 100 %. Cela provient de la méthode de calcul qui ne prend pas en compte l'énergie limite de construction, celle-ci étant (généralement) inconnue. Par exemple, il est tout à fait possible de calculer un rendement pour une puissance de 1 W, une vitesse de balayage de 1000 mm/s et un écart-vecteur de 100 μm , rendement qui excéderait 100 % mais qui ne correspond à aucune

réalité physique puisqu'il est impossible de consolider un mur avec ces paramètres. En toute rigueur, la courbe à 30 μm devrait commencer à 2 MJ/m^2 . Pour les autres courbes, à 60 μm et 100 μm , la limite basse d'énergie devrait être au-dessus de 2 MJ/m^2 , mais la valeur exacte est inconnue.

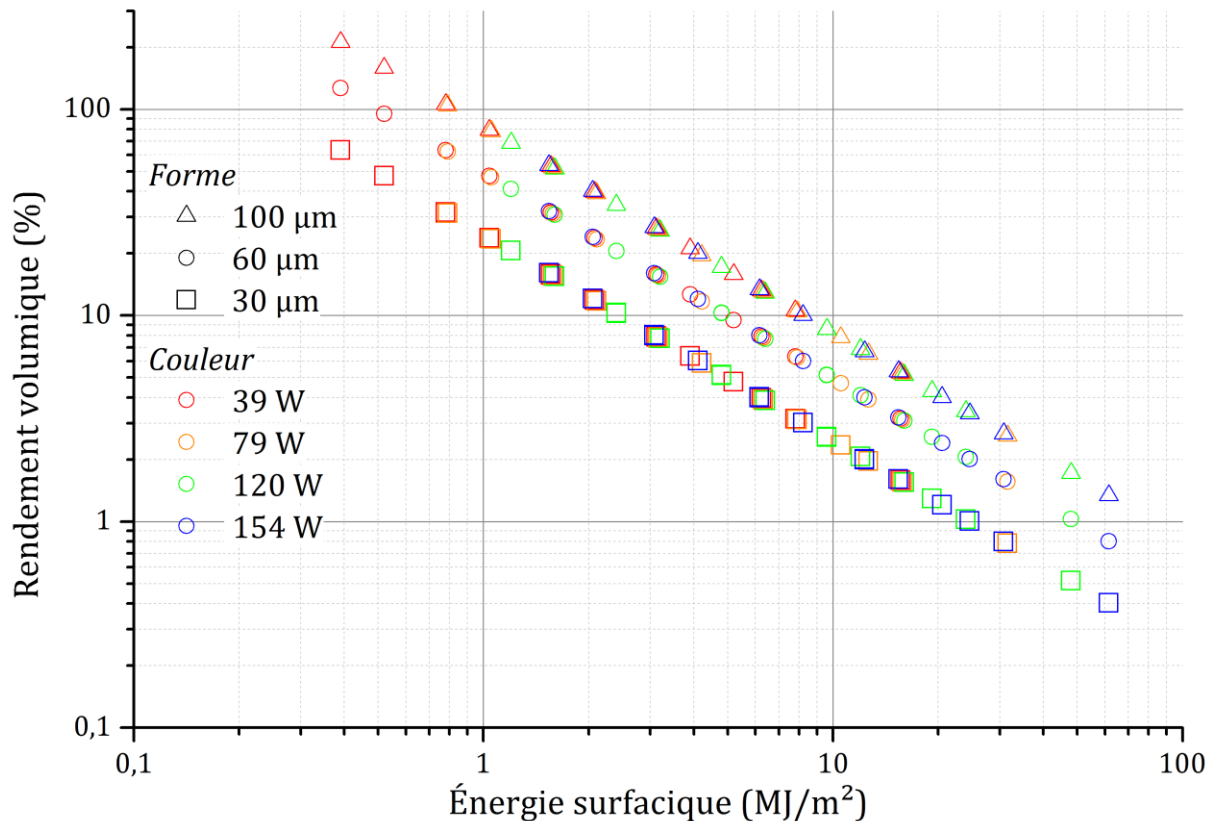


Figure 6.4 – Évolution du rendement énergétique volumique en fonction de l'énergie surfacique pour l'objet pavé et pour trois épaisseurs de lit de poudre différentes. La longueur à fondre a été déterminée à partir de l'orientation à 0°.

6.1.2. Le faisceau laser : rendement depuis l'énergie primaire

Pour compter correctement le rendement du faisceau laser, il faut sortir du système {faisceau + matériau}. L'énergie délivrée en sortie de cavité laser, et qui correspond à l'énergie du faisceau, n'est pas la même que celle consommée en entrée. En effet, pour lancer le phénomène d'émission stimulée, il a fallu mettre en route le système de pompage optique du laser Nd-YAG. Le pompage optique d'un tel laser est activé par l'intermédiaire d'une lampe flash dont le rendement de conversion est d'environ 3 % [ORS80]. Dans les dispositifs Nd-YAG modernes, le pompage optique est effectué par des diodes dont le rendement peut monter jusqu'à 30 %. Le constructeur du laser présent sur la machine Phénix PM100, indique effectivement un rendement de conversion *maximum* (*wall-plug efficiency*) de 30 %. En négligeant les pertes optiques sur le trajet, le rendement énergétique du faisceau laser, pour les paramètres P154_V750_δ100, depuis la prise de courant, tombent à $(0,11 \times 0,3)$ 3,3 %.

Il est nécessaire de monter encore d'un niveau, c'est-à-dire de considérer que l'électricité n'est pas produite sans perte par une fée dans la prise de courant. En effet, l'énergie électrique n'est pas une énergie primaire ; il a fallu la produire. L'essentiel de l'énergie électrique mondiale (et française) est produite par l'intermédiaire d'une centrale thermique. De manière très schématique, il s'agit d'une grande bouilloire dans laquelle l'eau est chauffée par la combustion de charbon ou de gaz ou par la fission d'atomes d'uranium et qui produit de la vapeur, laquelle entraîne une turbine pour produire l'électricité. Ce type d'installation fonctionne selon un cycle de Carnot dont le rendement est d'environ 30%. Ce cycle demande la présence d'une source

froide, ce qui explique la proximité des centrales thermiques avec un fleuve, une rivière, un océan, etc. Dans les centrales modernes, il est possible de gagner quelques pourcents. En considérant l'apport de l'hydroélectricité et des énergies alternatives, le rendement moyen de production de l'électricité, dans l'OCDE, est de 38 % [BP13]. Les pertes en ligne des réseaux électriques modernes sont proches de 5 % et seront négligées [BP13]. Ainsi, en équivalent primaire, le rendement énergétique du faisceau laser pour les paramètres précités, pourtant les plus efficaces, chute à $(0,11 \times 0,3 \times 0,38)$ 1,2 %. Si le laser avait été pompé par lampes flash et non par diodes, le rendement serait de $(0,11 \times 0,03 \times 0,38)$ 0,12 %. En outre, ces calculs ne tiennent pas compte de l'énergie nécessaire au refroidissement du laser.

L'énergie de fusion nécessaire à la fabrication des pavés de 0,2 cm³ présentés au chapitre 4 est évaluée à 1,65 kJ. Avec le calcul rapide qui vient d'être présentée, l'énergie consommée pour produire le pavé à P154_V750_δ100 a été de 132 kJ. Le Tableau 6.3 regroupe tous les pavés présentés. En définitive, un système laser est un moyen de chauffage très peu efficace.

Paramètres du pavé	Energie surfacique (MJ/m ²)	Énergie primaire utilisée (kJ/pièce)	Rendement primaire
P50_V130_δ60	6,41	373	0,44 % *
P79_V100_δ50	15,8	831	0,20 %
P79_V500_δ50	3,16	226	0,73 %
P120_V250_δ100	4,8	443	0,37 %
P154_V750_δ100	2,05	132	1,26 %

Tableau 6.3 – Énergie primaire consommée par le faisceau laser lors de la fusion des cinq pavés présentés dans le chapitre 4. * Rendement primaire déterminé à partir du rendement volumique théorique des pavés.

Outre le refroidissement, les valeurs d'énergie données dans ce tableau ne tiennent pas non plus compte des énergies afférentes à l'utilisation seule de la machine : déplacement des pistons, du rouleau, chauffage du lit de poudre, etc. Enfin, il faut rajouter les énergies préalablement listées pour évaluer globalement l'énergie nécessaire à la fabrication par SLM.

6.2. DÉMARCHE POUR LA COMPARAISON DE PLUSIEURS PROCÉDÉS

Afin de départager plusieurs procédés sur une même application, il est nécessaire d'effectuer cette analyse énergétique pour tous les procédés. La dépendance énergétique est une façon de choisir le procédé. La dépendance aux combustibles fossiles, ou à l'émission de GES en est une autre. Dans tous les cas il est nécessaire de définir des scénarios pour cette même application. Par exemple, dans le cas de l'application blindage en Inconel 625, le scénario initial consiste en une fabrication par laminage circulaire. Ce scénario est déjà bien établi et peut permettre une détermination du contenu énergétique de manière relativement simple. Un second scénario consiste en la production d'une pièce similaire, mais plus légère car architecturée, produite par SLM. Dans ce dernier cas, le gain attendu est un peu sur la consommation de matière moindre et beaucoup sur l'économie en carburant de l'appareil porteur du blindage architecturé. Ce scénario n'existant pas encore, il est nécessaire de définir des sous-scénarios selon, par exemple, la taille de la machine productrice, la possibilité de réutiliser une partie de la poudre qui est déjà passée dans la machine, le lieu de production de la poudre ou de la pièce qui influence la dépendance aux combustibles fossiles, un usinage ultérieur, la durée de vie de la pièce, etc. En l'absence de ces informations, il peut être difficile de se prononcer sur la consommation énergétique et sur l'impact environnemental.

Malheureusement, le manque de temps et de moyens n'ont pas permis de pousser plus en avant cette étude comparative et de déterminer si la modification de forme du blindage

pouvait avoir un impact positif sur le long terme avec une fabrication par *SLM*. Dans l'absolu, les valeurs énergétiques du faisceau laser déterminées avec la machine Phénix PM100 devraient pouvoir être transposables à d'autres machines possédant un laser peu différent et utilisant une poudre de même caractéristiques granulométriques. L'ordre de grandeur du rendement énergétique du faisceau seul resterait compris entre 0,1 % et 1 %.

6.3. EXEMPLE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LE PROCÉDÉ SLS

Telenko et Seepersad [TEL12] comparent la consommation énergétique du procédé *SLS* et du procédé de moulage par injection pour des pièces fabriquées en nylon. La portée de cette étude est limitée à l'évaluation de l'énergie consommée pour la production de nylon et la fabrication des pièces avec les deux procédés. L'emballage, le stockage, le transport et l'utilisation des pièces ne font pas partie de l'étude. Le recyclage des pièces, le traitement des effluents provenant de la production du nylon ou des étapes de fabrication ou encore l'énergie consommée par les infrastructures des machines *SLS* et d'injection ne font pas non plus partie du champ d'investigation.

La machine *SLS* qui a servi de base à l'étude est une machine 3DSystems Sinterstation HiQ + HiS suffisamment grande pour permettre de produire trois rangées de 50 pièces. Le procédé de moulage par injection nécessite la fabrication d'un moule. Celui-ci permettra de fabriquer deux unités à la fois.

La première étape de l'étude consiste à évaluer la consommation d'énergie nécessaire à la production du nylon. Les auteurs rapportent une énergie de 116 MJ/kg pour produire les granulés de polymère. Le moulage par injection peut directement utiliser ces granulés, tandis que le procédé *SLS* doit les transformer en poudre. Le rendement de conversion est évalué à 98 %. De plus, il est estimé que la matière finissant sous forme de déchets est de 10 % pour le procédé de moulage tandis qu'il est de 40 % pour le procédé *SLS*⁴³ ; ce dernier demande donc une quantité de matière plus importante pour une production de même volume.

Les auteurs ont déterminé, sur leur machine *SLS*, un besoin énergétique de 130 MJ/kg pour fabriquer les pièces.

L'énergie nécessaire à la fabrication du moule dépend du matériau le constituant. Deux matériaux sont étudiés : l'aluminium et l'acier. La production d'un kilogramme d'aluminium vierge est évaluée à 270 MJ/kg tandis qu'elle n'est que de 16 MJ/kg pour de l'aluminium recyclé. Pour l'acier, il faut 31 MJ pour produire un kilogramme d'alliage vierge, tandis qu'il faut 9 MJ/kg pour de l'acier recyclé. Trois possibilités de moules sont étudiées : un moule d'aluminium avec 20 % de matériau recyclé, un moule d'acier avec 80 % d'acier recyclé et un moule d'acier complètement vierge. L'usinage des moules représente un volume total de 2770 cm³ ; cette valeur n'inclut pas la formation des canaux de refroidissement. L'énergie d'usinage est estimée à 5 kJ/cm³ pour l'aluminium et 20 kJ/cm³ pour l'acier.

Il existe trois types de machine permettant le moulage par injection : les machines hydrauliques, les machines hybrides et les machines électriques. En tenant du fait que l'étude est faite aux États-Unis et que 70 % des machines sont hydrauliques, l'énergie nécessaire au moulage est estimée à 11 MJ/kg.

En tenant compte de ces éléments, il est possible de déterminer l'énergie nécessaire à la production des pièces dans le cas du procédé *SLS* en considérant des lots de 50 pièces ou de 150 pièces, et de la comparer avec celle nécessaire en moulage par injection pour les trois type de moules. Les résultats sont présentés sur la Figure 6.5. Il est à noter que ces résultats sont légèrement différents de ceux présentés dans l'article original, notamment au niveau de la pente

⁴³ Il est à noter que les copeaux de métal ou les restes de poudres métalliques en *SLM*, contrairement au *SLS*, ne sont jamais perdus car refondus. Toutefois, les coûts énergétiques de transports et fusions se multiplient.

de la production par moulage et de l'énergie nécessaire à la production du moule en acier vierge. Toutefois, ces différences ne changent pas fondamentalement le résultat.

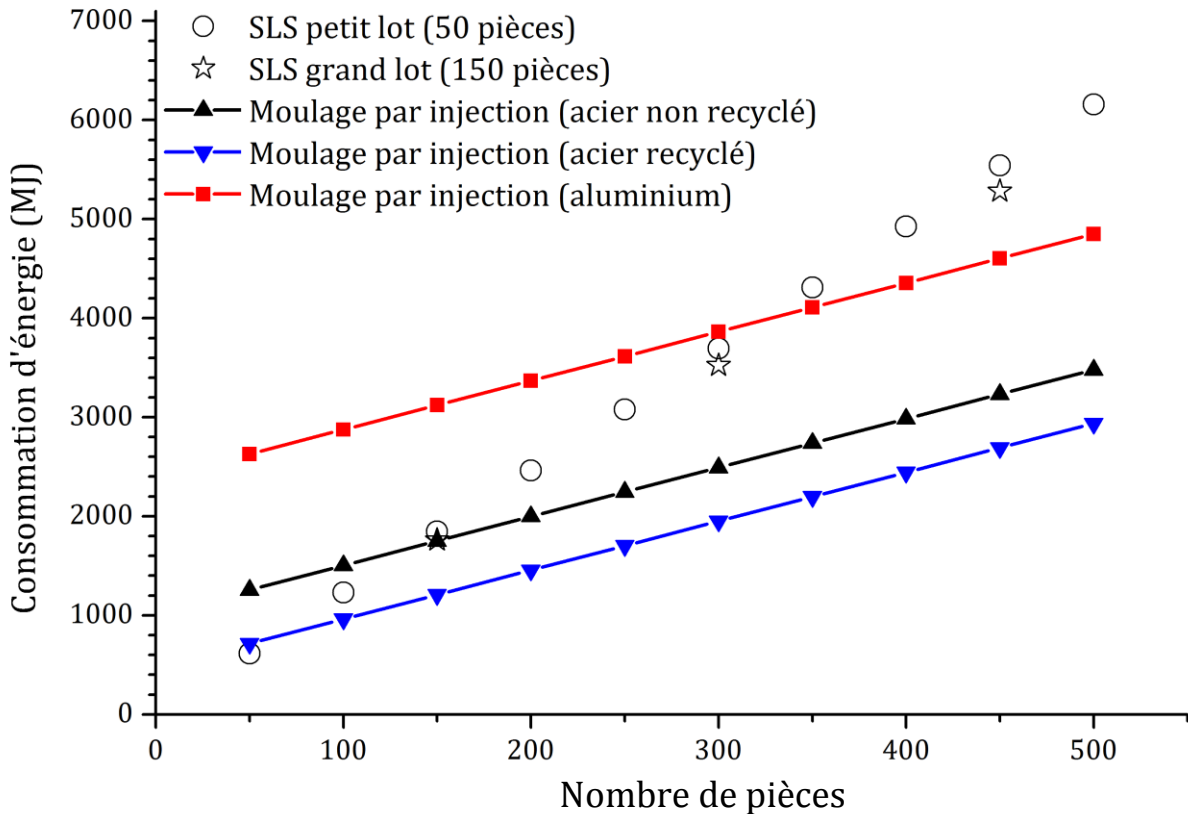


Figure 6.5 – Énergie requise en fonction du nombre de pièces à fabriquer pour le procédé SLS et le procédé de moulage par injection. Les différents scénarios sont représentés. Les données prises pour le calcul proviennent de [TEL12].

Dans le périmètre envisagé par l'étude, cette figure montre qu'une production de plus de 50 pièces par SLS demande plus d'énergie qu'une production par moulage avec un moule d'acier recyclé à 80%, en tenant compte de la fabrication du moule. Lorsque le moule est en acier non recyclé, le procédé SLS demande plus d'énergie à partir de 150 pièces ; le nombre de pièces monte à 350 pour un moule fabriqué en aluminium du fait de l'énergie importante nécessaire à la fabrication de l'aluminium par électrolyse.

Les résultats présentés précédemment utilisent les données fournies dans l'article. Il peut être remarqué qu'il n'est pas spécifié la façon dont est exprimée l'énergie nécessaire à la production du nylon (116 MJ/kg) mais une source connexe [HAM08] indique des valeurs proches en incluant l'énergie nécessaire à la production électrique. Ainsi, la valeur donnée est vraisemblablement exprimée en énergie primaire. Par contre, la consommation énergétique de la machine SLS (130 MJ/kg) est exprimée en mégajoule électrique, c'est-à-dire en énergie finale. Les données concernant l'énergie nécessaire à l'injection et extraite de [THI06] sont aussi exprimées clairement en énergie primaire. Les données concernant l'énergie nécessaire à l'usinage proviennent de [DAH04]. Différents modèles de machine ont été étudiés. Les machines antérieures à 1999 présentent les caractéristiques mentionnées dans l'article : 5 kJ/cm³ pour Al et 20 kJ/cm³ pour l'acier. La machine datant de 2000 et beaucoup plus automatisée consomme trois fois l'énergie des machines précédentes, pour le même usage, du fait de tous les équipements associés et qui permettent le fonctionnement automatique (effet rebond). Ces valeurs sont données en énergie finale. Afin d'harmoniser les comptes, il est nécessaire de transformer les énergies finales en énergies primaires. La machine SLS et la machine d'usinage fonctionnent toutes deux à l'électricité. Un rendement de 38 % est appliqué pour le calcul de

l'énergie primaire. Ainsi pour les étapes précitées, le nouveau calcul intégrera les valeurs suivantes :

- fabrication du nylon : 116 MJ/kg ;
- consommation de la machine SLS : 342 MJ/kg ;
- énergie pour injecter le polymère : 11 MJ/kg ;
- énergie d'usinage : 13 kJ/cm³ pour Al et 53 kJ/cm³ pour l'acier

Reste le cas délicat, celui de la fabrication du métal composant le moule. L'*International Aluminium Institute* qui a fait effectuer une analyse de cycle de vie sur la production d'aluminium en 2003 [IAI03], fourni le tableau suivant concernant les besoins en ressources énergétiques.

Ressource pour 1 tonne d'Al	Extraction de bauxite	Production d'alumine	Production d'anodes	Électrolyse	Moulage de lingots	Total
Charbon, kg		185	0,9			185,9
Gazole, kg	10,3	1,2	1,4		0,1	13
Fioul lourd, kg		221,4	6,2		10	237,6
Gaz, m ³		233	23		52	308
Électricité, kWh		203	62	15 365	81	15365 +346

Tableau 6.4 – Ressources énergétiques nécessaires à la production d'une tonne d'aluminium. [IAI03]

Le charbon, le gazole, le fioul lourd et le gaz sont des énergies primaires. Le **Tableau 6.5** présente l'équivalence entre kg ou m³ en tep pour ces combustibles et convertit l'énergie en kWh thermique c'est-à-dire en énergie primaire.

Combustible	Unité physique...	En tep	Pour produire 1 t d'Al, en tep	Pour produire 1 t d'Al, en kWh
Charbon	Tonne	0,65	0,1208	1402
Gazole	Tonne	1	0,013	151
Fioul lourd	Tonne	0,95	0,22572	2618
Gaz	Mètre cube	10 ⁻³	0,308	3573
				<i>Total : 7 744</i>

Tableau 6.5 – Équivalence entre unités massiques ou volumiques et unités énergétiques pour différents combustibles fossiles, et calcul de l'énergie représentés par ces combustibles dans la production d'aluminium en tep et en kWh. Source des équivalences : Observatoire de l'énergie.

Pour l'électricité, le rapport mentionné indique que l'électricité utilisée par les fondeurs (*smelters*) pour l'électrolyse provient à 52,5 % de l'hydroélectricité, à 31,6 % de charbon, à 0,8 % de pétrole à 9 % de gaz naturel et à 6,1% de nucléaire. Ainsi, le calcul en énergie primaire de l'étape d'électrolyse (15365 kWh électrique) doit se faire en tenant compte de cette répartition. Par contre l'électricité qui ne fait pas partie de cette étape (346 kWh électrique) sera comptabilisée, comme précédemment, avec un rendement de production classique de 38 %. Le calcul donne 911 kWh d'énergie primaire. Le **Tableau 6.6** détaille le calcul pour l'électrolyse.

Origine de l'électricité	Proportion dans le mix	Production pour 1 t d'Al (kWh final)	Rendement du procédé	Production pour 1 t d'Al (kWh primaire)
Hydraulique	0,525	8067	1	8067
Charbon	0,316	4855	0,33	14713
Pétrole	0,008	123	0,33	372
Gaz (cycle combiné)	0,09	1383	0,6	2305
Nucléaire	0,061	937	0,33	2840
				Total : 28 297

Tableau 6.6 – Détail du calcul de l'énergie primaire utilisée dans la production d'une tonne d'aluminium dans l'étape d'électrolyse. Le rendement de la production électrique de cette étape est égal à 0,543.

Au final, d'après l'analyse mentionnée, la production d'un kilogramme d'aluminium non recyclé demande $(7,74 + 28,3 + 0,91)$ 37 kWh d'énergie primaire soit 133 MJ. Cette valeur est bien inférieure à la valeur 270 MJ/kg mentionnée dans l'article qui provient d'une source de 1983. Cette différence peut être attribuée à une amélioration technologique et à une augmentation de la partie hydraulique à la production électrique associée à l'électrolyse. Lorsque la production électrique est considérée comme provenant seulement de charbon ou d'uranium, l'énergie calculée pour produire un kilo d'aluminium monte à 200 MJ/kg. Il est ainsi possible de convenir que les données de l'article sont exprimées en énergie primaire en ce qui concerne la production des matériaux pour le moule. Ainsi pour la fabrication du moule, le nouveau calcul intégrera les valeurs suivantes :

- production d'aluminium : 133 MJ/kg ;
- production d'aluminium recyclé : 16 MJ/kg ;
- production d'acier : 31 MJ/kg ;
- production d'acier recyclé : 9 MJ/kg.

La Figure 6.6 représente la comparaison des deux procédés en intégrant l'harmonisation des données énergétiques.

Dans le périmètre envisagé par l'étude, la figure montre que quel que soit le matériau constituant le moule, le procédé SLS n'est énergétiquement valable que pour une production inférieure à 100 pièces. Après harmonisation des données, l'énergie nécessaire à la production de pièces par SLS croît beaucoup plus rapidement.

La Figure 6.7 montre la répartition énergétique en fonction des différentes étapes de production pour tous les cas d'études. Le procédé SLS demande une plus grande énergie pour la production du nylon dans la mesure où le taux de déchet est plus important pour ce procédé. La figure retranscrit cet effet, mais la consommation principale d'énergie provient du fonctionnement de la machine : les systèmes de mouvement ainsi que le laser et son refroidissement.

En comparaison, l'énergie nécessaire à l'injection du polymère dans le moule est de loin inférieure. Pour ce procédé, la consommation principale d'énergie, hors production de nylon, provient de la production du métal du moule. Vient ensuite l'usinage du moule. Le moulage par injection est un procédé capitalistique dans la mesure où il demande un investissement énergétique (et économique) initial. Une fois celui-ci réalisé et rentabilisé, le procédé SLS n'est rapidement plus compétitif. Dans l'exemple pris, il suffit de moins de 100 pièces pour rentabiliser le moule.

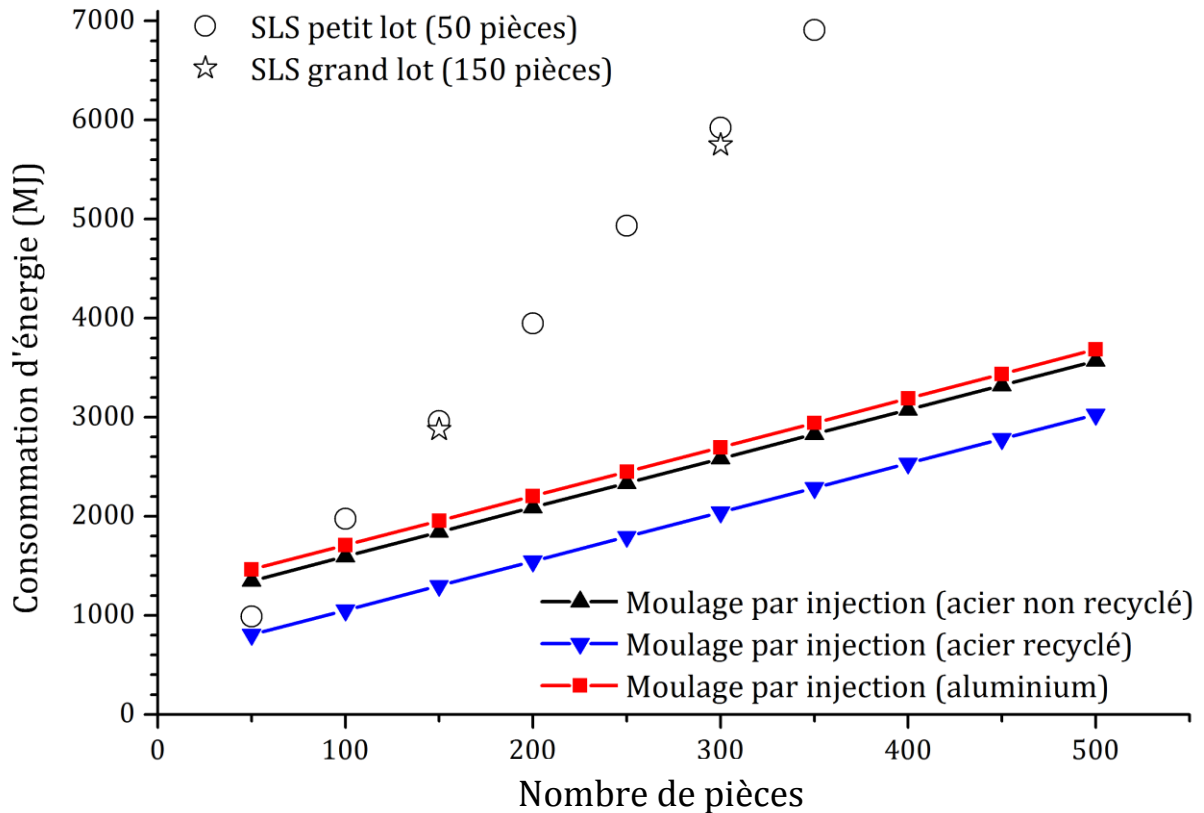


Figure 6.6 – Énergie requise en fonction du nombre de pièces à fabriquer pour le procédé SLS et le procédé de moulage par injection après harmonisation des énergies. Les différents scénarios sont représentés.

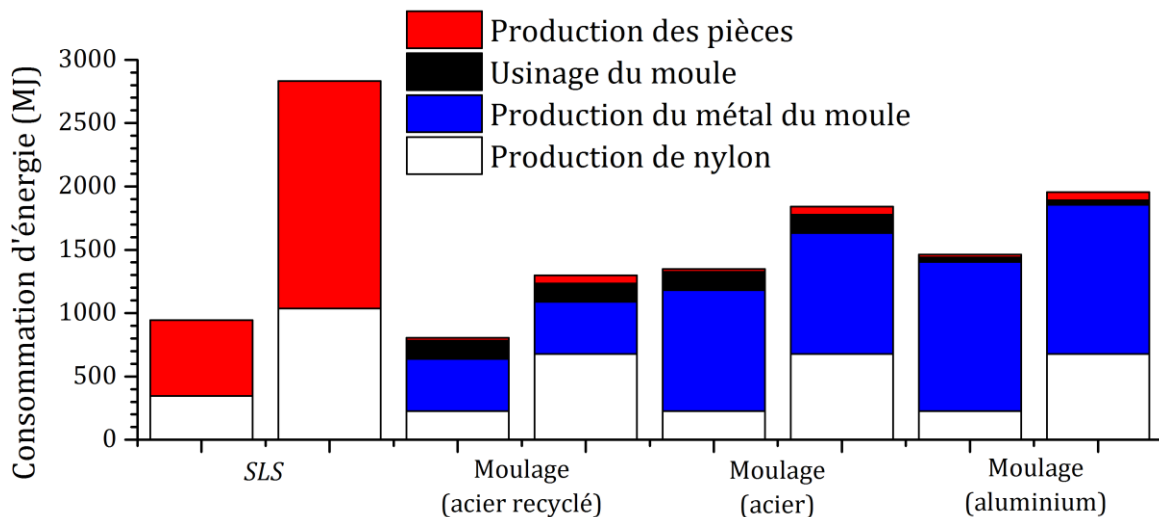


Figure 6.7 – Énergie requise en fonction du nombre de pièces à fabriquer pour le procédé SLS et le procédé de moulage par injection après harmonisation des énergies. Les différents scénarios sont représentés. Pour chacun, la colonne de gauche concerne la fabrication de 50 pièces, celle de droite la fabrication de 150 pièces.

Les résultats présentés ici permettent de bien prendre conscience qu'il s'agit avant tout de travailler sur les ordres de grandeurs. En outre, la détermination des consommations en énergie primaire est indispensable pour évaluer correctement les étapes critiques. Les conventions de compte peuvent être sources d'erreur de calcul et donc d'erreur de raisonnement. Outre l'incompréhension qu'elles peuvent susciter, ces conventions peuvent être l'objet de manipulations diverses.

Si le matériau à fondre n'était plus du nylon mais un superalliage, le mauvais rendement énergétique serait encore plus prépondérant car il faut chauffer l'alliage de manière plus importante.

Pour finir, il est à préciser qu'il s'agit là d'un exemple particulier. Du fait des conventions de compte, il n'est pas facilement transposable à d'autres applications et il ne saurait être utilisé pour une statistique générale. L'article original n'est pas corrélé à l'émission de GES et cette caractéristique est conservée ici dans la mesure où l'émission de GES dépend du lieu de production de chacun des intervenants.

Ce chapitre a permis de déterminer que le rendement énergétique volumique du faisceau laser était d'environ 1 % pour le dispositif présent sur la machine du laboratoire. Ce rendement tient compte de l'énergie primaire. En d'autres termes, pour apporter un joule d'énergie au lit de poudre, il a fallu transformer cent joules en amont. Cette valeur ne prend en compte que l'énergie qui a été nécessaire pour produire le faisceau, c'est-à-dire déclencher l'émission stimulée. Le calcul suppose aussi que le rendement de conversion du système de pompage optique de 30 % fourni par le constructeur du laser ne dépend pas de la puissance laser demandée. De plus, du fait des résultats du chapitre 3, ce rendement de conversion de 1 % concerne uniquement le jeu de paramètres le plus efficace.

Sur la base de considérations simples quant à l'énergie totale utilisée pour fabriquer un objet, il a été vu que l'énergie totale devant être apportée par le faisceau laser est indépendante de l'orientation de l'objet. En outre le rendement énergétique volumique du faisceau semble indépendant de la forme des pièces à produire. Pour les trois objets étudiés, le rendement évolue de manière inverse avec l'énergie surfacique de la même façon. Les rendements expérimentaux obtenus sur les surfaces pendant le chapitre 3 sont comparés aux rendements théoriques volumiques. Il est observé une très bonne adéquation des résultats expérimentaux après prise en compte de la profondeur de fusion pour des énergies surfaciques au-delà de 2 MJ/m². Pour rappel, en dessous de cette limite, les cordons adjacents ne sont pas refondus mais, au mieux, contigus. Ainsi, plus l'énergie surfacique d'un jeu de paramètres est faible, et meilleur est le rendement de conversion.

L'étude de cas à partir d'un article bibliographique permet de bien montrer l'importance des conventions de calcul et de l'origine des données pour ne pas raisonner à la fois avec des données exprimées en énergie finale et des données exprimées en énergie primaire. Le résultat de l'harmonisation montre une différence quant à la quantité de pièces à partir de laquelle l'investissement énergétique de la fabrication du moule est rentabilisé par rapport au procédé SLS. Ce type de technologie est énergétiquement rentable pour les très petites séries. En considérant qu'il faut apporter 530 kJ pour faire fondre un kilogramme de nylon, l'étude de cas mène à un rendement en énergie primaire de 1 ‰ pour le procédé SLS soit dix fois moins que le rendement de conversion évalué avec le laser dans le cas du SLM. Évidemment, ce résultat est fonction des ajouts du nylon qui peuvent modifier sa couleur.

Il est à préciser que chaque procédé de fabrication additive possède ses propres caractéristiques et par conséquent, l'étude de cas présentée ne saurait être considérée comme un résultat général. Chaque étude est différente dans la mesure où l'instrument de fabrication est différent, tout comme la géométrie à fabriquer, le matériau et l'usage.

Le procédé SLM peut être appliqué à des poudres polymères; le procédé est alors généralement baptisé SLS par les utilisateurs comme le montre l'exemple... Du fait de la nature du matériau, l'énergie nécessaire à son transport est inférieure à celle des métaux, de même que l'énergie nécessaire à la fusion lors de la production de la poudre et de la consolidation dans la chambre de fabrication. L'intérêt de ces deux procédés réside essentiellement dans les petites séries de pièces de géométrie particulièrement complexe. Des calculs énergétiques (et économiques) sont

absolument nécessaires en fonction de différents scénarios pour déterminer la pertinence réelle de l'utilisation de ces procédés.

Le procédé DMD peut être d'un atout particulier dans la réparation de pièce usées ou abîmées. Un maillage régulier peut remplir partiellement une zone retirée afin d'assurer des propriétés mécaniques suffisantes. Dans la même idée, le procédé du dépôt fil permet d'ajouter de la matière localement afin de combler un trou avant un usinage pour affiner l'aspect ou pour ajouter des détails sur une structure.

Les procédés d'impression tridimensionnelle peuvent aussi participer à la réalisation de pièces de petite série dont la tenue mécanique n'est pas rédhibitoire, lorsqu'il ne s'agit pas que de combler un besoin compulsif. Ce genre de technologie peut être particulièrement sujet à l'effet rebond.

Enfin, il reste à souligner que la plupart des procédés de fabrication directe restent actuellement utilisés dans le seul but de reproduire des pièces déjà existantes. Or le principal intérêt de ces technologies réside dans la possibilité de fabrication de géométries véritablement nouvelles qui permettent d'atteindre le même objectif qu'une pièce classique mais avec une masse inférieure ou une fonctionnalité accrue. C'est en associant ces technologies à l'optimisation de forme ou de topologie qu'elles peuvent montrer réellement leur intérêt et supplanter les anciennes technologies quitte à ce que l'économie d'énergie ne se fasse qu'à long terme.

RÉFÉRENCES

- [BP13] BP, *Statistical review 2013*, www.bp.com/statisticalreview
- [DAH04] Jeffrey B. Dahmus and Timothy G. Gutowski, An Environmental Analysis of Machining, *Proceedings of IMECE2004, 2004 ASME International Mechanical Engineering Congress and RD&D Expo*, Anaheim, California, USA, November (13-19,2004)
- [HAM08] Prof. Geoff Hammond and Craig Jones, *Inventory of Carbon & Energy (ICE)*, version 1.6a, University of Bath, (2008), www.bath.ac.uk/mech-eng/sert/embodied/
- [IAI03] International Aluminium Institute, *Life cycle assessment of aluminium: Inventory data for the worldwide primary aluminium industry*, (March 2003)
- [MUR12] James Murray, David King, Oil's tipping point has passed, *Nature*, Vol 481, 433-435, (20 January 2012)
- [ORS80] Alain Orsazag et Georges Hepner, *Les lasers et leurs applications*, Masson, (1980)
- [TEL12] Cassandra Telenko and Carolyn Conner Seepersad, A Comparison of the Energy Efficiency of Selective Laser Sintering and Injection Molding of Nylon Parts, *Rapid Prototyping Journal* 18-(6), 472-481, (2012)]
- [THI06] Alexandre Thiriez and Timothy Gutowsky, An Environmental Analysis of Injection Molding, *IEEE International Symposium on Electronics and the environment*, San Francisco, California, USA, (May 8-11 2006)



Conclusion et perspectives

Les travaux de thèse présentés dans ce document s'attachent à décrire le procédé de fusion sélective par laser (*selective laser melting, SLM*) appliqué à des superalliages à base de nickel. Cette description passe par l'étude des éléments nécessaires au fonctionnement du procédé, en particulier le dispositif d'émission laser et la cinématique du lit de poudre. L'étude des poudres, matériau de départ du procédé, puis l'influence des paramètres du procédé sur la consolidation du lit de poudre complètent les travaux réalisés pour appréhender la transformation du matériau. L'intérêt s'est ensuite porté sur le produit fini, sa santé interne et l'héritage du procédé violent. Enfin, la dépendance énergétique forte du procédé à l'énergie, qui en constitue un point faible, est discutée. Deux superalliages ont été étudiés à travers ce procédé : l'Inconel 625, renforcé par solution solide, et l'Inconel 738 renforcé par précipitation γ' .

Dans un premier temps, le mouvement du piston de fabrication et l'évolution de la hauteur de la structure consolidée ont été étudiés et mis en équation afin de comprendre leur comportement pendant le procédé. Il s'agit essentiellement d'une sorte de bilan matière guidé par des hypothèses géométriques. Ceci fait suite au constat du frottement du rouleau de fabrication sur la structure consolidée pendant la mise en couche qui aboutissait généralement à une interruption du cycle de fabrication après quelques dizaines de couches. Le modèle géométrique développé permet de considérer plusieurs formes possibles du cordon solidifié. Les équations ont été déterminées pour trois formes : un front plat, un front elliptique et un front parabolique tout en considérant l'existence d'un retrait latéral. Ce modèle dépend de plusieurs paramètres et notamment de la hauteur de couche du lit de poudre et du taux de compaction qui sont des paramètres opératoires sur lesquels il est facile d'agir, au contraire de la compacité du lit de poudre et du retrait latéral qui dépendent essentiellement de la poudre.

Il a été clairement vu que pour produire une construction dont l'épaisseur de couche est de 30 μm et pour laquelle le risque de frottement du rouleau est faible, il était préférable d'utiliser un lit de poudre dont la consigne de l'épaisseur est proche de 30 μm . En effet, si la consigne de l'épaisseur du lit de poudre est proche de l'épaisseur des couches, le risque de frottement est réduit. Ainsi, une consigne d'épaisseur de lit de poudre de 35 μm ou de 36 μm est plus adaptée qu'une consigne de 50 μm . Pour une épaisseur de couche fixée, l'épaisseur *réelle* du lit de poudre dépend uniquement du taux de compacité ; pour une épaisseur de couche de 30 μm , elle est comprise entre 40 μm et 50 μm pour une compacité de lit de poudre comprise entre 50 % et 60 %. Les fronts elliptique et parabolique montrent une susceptibilité au frottement plus importante que le front plat. Il est vrai que ce modèle n'a pas été éprouvé expérimentalement, c'est-à-dire qu'aucune comparaison entre la hauteur consolidée expérimentalement pour un certain nombre de couches et la prédiction du modèle n'a été faite. En fait, il est difficile de s'assurer expérimentalement que la première couche du lit de poudre respecte la consigne. La différence peut être importante, et la comparaison entre le modèle et

l'expérience peut alors être délicate. Il est vrai aussi que le modèle considère que les cordons sont consolidés les uns sur les autres, alors que la stratégie de balayage utilisée implique notamment une rotation de 90° de la direction de balayage à chaque nouvelle couche. Toutefois, l'objectif du modèle était essentiellement de déterminer une direction générale à suivre, au niveau des paramètres opératoires de mise en couche, pour limiter de manière mécanique la hauteur consolidée. Depuis l'emploi de paramètres respectant cette condition, le phénomène de frottement du rouleau sur le lit de poudre a disparu et, en ce sens, cela permet une certaine validation du modèle et la fabrication d'éprouvettes de grande dimension.

La distribution en taille des particules de poudre a été étudiée et est d'un grand intérêt dans la mesure où elle conditionne l'épaisseur minimum du lit de poudre, et donc la précision géométrique verticale du procédé. La distribution granulométrique de la poudre est généralement donnée dans un repère semi-log pour lequel la courbe log-normale revêt la forme d'une gaussienne. Cette représentation est trompeuse dans la mesure où la distribution log-normale n'est pas symétrique. L'asymétrie de cette loi est positive, c'est-à-dire que le mode de la distribution est toujours situé à gauche de la médiane ; les particules de tailles inférieures à la médiane sont statistiquement plus nombreuses que celles de taille supérieure. Traditionnellement, la distribution est caractérisée par sa médiane et son premier et dernier déciles. L'asymétrie de la distribution se cache en réalité dans ces deux dernières valeurs, mais il est difficile de l'interpréter sous cette forme. Le facteur d'asymétrie permet une interprétation plus aisée ; il est nul pour une distribution symétrique, et il augmente à mesure que l'asymétrie croît, c'est-à-dire que le mode se décale vers les plus petites tailles.

Pour les deux alliages étudiés, dont la distribution granulométrique des poudres est différente, la compacité de la poudre est globalement comprise entre 50 % et 60 % selon que la poudre est simplement versée, ou bien tassée. La compacité semble assez peu dépendante de la taille des particules. *A priori*, plus le lit de poudre est compact et moins l'alliage présenterait de porosité après consolidation.

Une analyse thermique des deux alliages a été entreprise par l'intermédiaire d'analyses thermiques différentielles. Il est observé pour les deux poudres un pic de relaxation, de retour à l'équilibre, pendant le chauffage à 10 K/s entre 500 °C et 700 °C. Ce pic est attribué à la relaxation des contraintes thermiques pendant la solidification de la poudre pour l'Inconel 625 tandis que pour l'Inconel 738 dont la poudre est plus grosse, le pic de relaxation, deux fois plus intense, est attribué à un retour à l'équilibre par précipitation de phase γ' . L'intégration des pics a permis de déterminer que l'enthalpie de relaxation de l'Inconel 625 est de 17,8 kJ/kg tandis que celle de l'Inconel 738 est de 37,8 kJ/kg. À l'aide d'un calcul thermodynamique qui prévoit que l'enthalpie de précipitation de la phase γ' est de 103 kJ/kg, il peut être estimé que la poudre d'Inconel 738 présente un déficit de précipitation d'environ 30 %. Ce fait est attribué à la vitesse de solidification importante lors du procédé d'atomisation, entre 10^4 K/s et 10^5 K/s, ce qui ne permet pas à l'alliage liquide de suivre l'équilibre thermodynamique.

La consolidation de la poudre d'Inconel 625 s'est effectuée avec un laser Nd-Yag dont le domaine spectral est l'infrarouge proche avec une longueur d'onde principale aux alentours de 1064 nm. Le faisceau laser présente un profil gaussien, et sa polarisation est aléatoire.

Une étude paramétrique unidimensionnelle a été effectuée sur la base de la puissance du faisceau et de sa vitesse de balayage. Cette étude a été suivie de la consolidation de surfaces, en faisant intervenir un nouveau paramètre, l'écart-vecteur, qui caractérise l'écart entre deux cordons adjacents. Il permet, à terme, l'étude sur blocs. Les résultats obtenus ont été analysés par l'intermédiaire de considérations énergétiques. Pour cela, un rendement énergétique de conversion de l'énergie lumineuse en énergie thermique utile a été défini à l'aide des paramètres opératoires du faisceau laser et des dimensions de la zone fondue. Il est constaté que le rendement énergétique décroît rapidement avec l'énergie apportée par le faisceau laser. Dans le cas de l'irradiation unidimensionnelle, c'est l'énergie linéique qui est considérée, et dans le cas bidimensionnel, c'est l'énergie surfacique. Dans les deux cas, une énergie trop faible ne permet pas la formation de cordons continus, les cordons sont gouttelés. Si l'énergie est trop importante,

le rendement énergétique est très faible et les cordons sont oxydés. Il existe une zone d'énergie où l'irradiation permet la formation de cordons propres, et pour lesquels la consolidation de surfaces ne présente pas ou peu de porosité. Les études paramétriques ont permis d'aboutir à deux grands résultats : l'étude unidimensionnelle est tout à fait dispensable dans la recherche de paramètres opératoires adéquats pour la fabrication de pièces massives. En effet, les résultats de l'étude bidimensionnelle apportent les mêmes informations tout en permettant d'étudier l'influence de l'écart-vecteur. L'étude de monocordons peut toutefois apparaître pertinente dans le cas où la géométrie à construire possède des zones très fines constituées de quelques cordons adjacents. Le second résultat concerne l'orientation des paramètres opératoires permettant de viser le rendement énergétique le plus important possible. Ainsi, s'il est nécessaire d'employer une énergie linéique ou surfacique modérée, pour viser un rendement de conversion maximum de 40 %, ceci doit se faire préférentiellement avec une puissance importante. En effet, il est constaté que pour une même énergie surfacique, les rendements les plus élevés correspondent à la puissance employée la plus élevée, qui correspond elle-même au mode de fusion en trou de serrure. De ce fait, la modération de l'énergie peut se faire en accroissant la vitesse de balayage ou l'écart-vecteur et donc en diminuant le temps de fabrication. Il faut malgré tout faire en sorte que la densité de puissance ne soit pas trop importante, auquel cas les pièces consolidées présenteront de nombreuses cavités provenant de la solidification rapide de l'alliage liquide autour d'éléments vaporisés au fond du trou de serrure. La densité de puissance peut être assimilée à l'énergie linéique en première approximation, et son contrôle passe donc par celui de la vitesse de balayage.

Les murs d'Inconel 625 produits par *SLM* présentent tous une microstructure dont l'élément de base est une dendrite primaire et des précipités pouvant être des carbures de niobium. Aucune autre précipitation n'est observée, et la métastabilité de l'alliage est sensiblement équivalente à celle de la poudre malgré la vitesse de refroidissement plus importante. L'étude de la microstructure s'est concentrée sur la structure des grains. Il est observé que les grains sont colonnaires lorsque l'énergie surfacique est faible et que cette particularité disparaît avec l'augmentation de l'énergie surfacique. Les grains colonnaires croissent par épitaxie depuis les grains du substrat. Lorsque l'énergie est trop importante, les mouvements de convection doivent empêcher l'épitaxie, et les grains *raccourcissent*. L'organisation des grains présente aussi une certaine ondulation qui est attribué à la stratégie de balayage, et leur largeur est définie par l'écart-vecteur. Lorsque l'énergie apportée est importante, il est observé que les grains croissent par épitaxie, mais à 45° par rapport à la direction de fabrication. Ce phénomène n'est pas expliqué. En ce qui concerne l'orientation cristalline, les grains soumis à l'épitaxie présentent une direction cristalline $\langle 100 \rangle$ orientée préférentiellement avec la direction $[110]$ de l'échantillon, c'est-à-dire selon la direction formée par la direction de fabrication et la direction de balayage la plus longue. Ils sembleraient donc suivre le gradient thermique principal. Lorsque l'épitaxie est rompue, les directions $\langle 111 \rangle$ s'orientent préférentiellement selon la direction de fabrication $[100]$.

Le développement d'une anisotropie de texture cristalline et d'orientation de grain suggérerait une anisotropie forte des propriétés mécaniques. Or il n'en est rien pour les éprouvettes consolidées avec les paramètres optimisés. En effet, pour une traction dans le sens de fabrication, à 45° ou à 90°, les éprouvettes montrent une limite élastique autour de 740 MPa, pour une résistance mécanique supérieure à 990 MPa et un allongement à rupture de l'ordre de 34 %. Le module de Young est compris entre 174 GPa et 190 GPa suivant l'orientation. La dispersion est assez faible et une partie de l'écart avec la valeur traditionnelle de 207,5 GPa peut être attribué à la méthode de mesure. Le faciès de rupture des éprouvettes confirme le caractère ductile de l'alliage. Lorsque les paramètres ne sont pas optimisés, la résistance à la traction est moins bonne et la ductilité est plus limitée. Les éprouvettes produites dans cette configuration présentent une rupture dès 15 % d'allongement. Le faciès de rupture montre des cupules traduisant un caractère ductile, mais des zones plus fragiles sont aussi observables et notamment des défauts du type particules non fondues. Ces défauts font offices de sites d'amorçage pour les fissures.

Au final, pour rentabiliser au mieux le procédé, et produire des pièces saines avec des propriétés mécaniques respectables, il est préférable d'utiliser une puissance laser importante, une vitesse de balayage ajustée de telle sorte que la densité de puissance permette d'éviter la cavitation, et l'écart-vecteur le plus important possible pour éviter une refusion inutile.

L'intérêt de l'Inconel 738 était l'étude de la fissuration de l'alliage pendant le procédé de fusion sélective par laser. Les paramètres de fabrication des pièces n'ayant pas été transmis, il est apparu impossible de définir de critère précis permettant d'éviter la fissuration. L'analyse du matériau s'est donc concentrée sur son caractère métastable, ce qui a finalement permis de discuter l'origine de la fissuration, même s'il reste difficile de conclure sur la question.

Les pièces produites par l'ILT présentent toutes une microstructure constituée de dendrites primaires et de carbures MC situés au niveau des espaces inter-dendritiques. À partir de cet espace inter-dendritique primaire, il est possible d'estimer la vitesse de solidification de l'alliage. Les mesures indiquent que celle-ci est comprise entre 10^5 K/s et 10^7 K/s, et ce résultat, déjà observé sur l'Inconel 625, est corroboré par la taille des carbures. De ce fait, la vitesse de solidification de l'alliage pendant le procédé de fusion sélective est supérieure à celle pendant l'atomisation, et il est légitime de supposer que l'alliage est dans un état hors d'équilibre plus important. Une analyse thermique différentielle confirme cette hypothèse et montre que l'enthalpie de relaxation de l'alliage SLM est de 56 kJ/kg. En d'autres termes, l'alliage ainsi élaboré présente un déficit de précipitation d'environ 50 %. Il est à préciser que cette valeur provient d'un échantillon qui a subi le cyclage thermique induit par le faisceau laser à chaque nouvelle couche ; elle tient donc compte d'une éventuelle précipitation pendant le pompage thermique. Pour déterminer l'état de précipitation réel dû au refroidissement depuis le passage du laser, il faudrait effectuer une analyse calorimétrique sur un échantillon constitué uniquement de la dernière couche consolidée.

Les traitements thermiques classiques de l'Inconel 738, qui consistent en une remise en solution à 1120 °C pendant deux heures et un vieillissement à 845 °C pendant 24 heures s'avèrent surtout être des traitements de précipitation pour l'alliage brut de SLM. Le traitement de compaction isostatique à chaud à 1200 °C pendant quatre heures sous 1000 bars permet de reboucher les éventuelles porosités présentes dans l'alliage, et induit une recristallisation du matériau ainsi qu'un grossissement des nouveaux grains. Toutefois l'état de précipitation montre de gros précipités qui peuvent faire jusqu'à 5 µm et des précipités plus petits mais dégénérés qui ne produisent aucun durcissement de l'alliage et qui résulteraient du refroidissement lent. Il faut donc définir une nouvelle gamme de traitements thermiques pour produire la microstructure adaptée aux propriétés mécaniques souhaitées.

Les figures de diffraction d'électrons rétrodiffusés montrent que la structure des grains est sensiblement colonnaire et que les grains situés au bord des murs sont beaucoup plus larges que ceux du cœur, indiquant qu'un balayage de contour a été effectué après le balayage de remplissage. Le balayage de contour n'a d'ailleurs pas complètement effacé la microstructure du balayage de remplissage au bord des échantillons. Les grains provenant du balayage de contour sont plus larges mais plus courts que les grains de remplissage. De plus, l'orientation cristalline des grains est différente entre le cœur et le contour. La maille cristalline du cœur de l'alliage présente une orientation préférentielle des directions $\langle 100 \rangle$ avec la direction de fabrication [100], tandis que les grains de contours ont systématiquement les directions $\langle 001 \rangle$ de leur maille cristalline orientées selon la normale à l'échantillon [001], c'est-à-dire orientées suivant le sens de balayage du faisceau laser. Les grains de contour de l'Inconel 738 ressemblent ainsi aux grains de remplissage de l'Inconel 625. La méconnaissance du, ou des faisceaux laser employés pour la fabrication ne permet pas de discuter plus amplement cette question. Il peut malgré tout être remarqué que le balayage de contour produit une hétérogénéité de microstructure qui s'associe à l'anisotropie de microstructure du procédé. Enfin, les traitements thermiques de remise en solution et de vieillissement n'ont pas significativement modifié la texture cristalline et la structure colonnaire, au contraire du traitement de compaction isostatique à chaud.

En ce qui concerne la fissuration de l'Inconel 738, elle n'est observée que sur un type d'échantillon, ce qui suggère l'emploi de paramètres de fabrication inadaptés pour ce cas. Le

mécanisme de fissuration classique qui apparaît dans cet alliage est la fissuration par liquation constitutionnelle de la phase γ' . Or, la poudre et l'alliage brut de SLM ne présentent pas de précipités suffisamment gros et une dureté suffisamment importante pour induire ce mécanisme de fissuration de manière claire. La vitesse de dissolution des γ' dépend de leur taille, mais aussi de la vitesse de chauffe. Comme le procédé *SLM* chauffe très vite, les précipités, même très fins, peuvent ne pas avoir le temps de se dissoudre. Ceci peut aboutir à leur liquation. Les observations faites ne permettent pas de conclure sur l'existence ou l'absence de liquation dans le matériau, ni de savoir si les conditions de chauffe et de refroidissement peuvent aboutir à la fissuration.

Il est supposé deux autres mécanismes possibles, qui peuvent agir simultanément, mais dont l'existence n'est pas prouvée non plus. Le premier est une simple fissuration à la solidification, induite par un refroidissement rapide associé à un intervalle de solidification important. Le second mécanisme est l'ouverture de défauts verticaux au niveau des joints de grains du fait de la concentration de contraintes induites par le cyclage thermique.

Pour finir sur l'Inconel 738, si le préchauffage induit une transformation de la poudre, il induit aussi une transformation de l'alliage consolidé. Pour une opération de soudage sur un matériau produit par fonderie, le préchauffage à 950 °C fonctionne bien car il agit comme un traitement de remise en solution. Or, dans le cas d'un alliage *SLM*, l'état hors équilibre est stabilisé par la précipitation de la quantité de phase γ' manquante, et le préchauffage agit donc comme un traitement de précipitation, dès 500 °C. L'échantillon d'analyse thermique différentielle interrompue à 700 °C indique un gain de dureté important qui peut exister dans la pièce en cours de production. La perte de ductilité peut favoriser la fissuration de même que l'anisotropie de microstructure dans la hauteur de la pièce qui se développe avec le temps de fabrication par l'intermédiaire du grossissement des précipités γ' . Pendant un traitement thermique ultérieur, qui présente une possibilité de relaxation des contraintes, l'anisotropie de microstructure peut induire un comportement élastique différent suivant l'état de précipitation. Si localement la ductilité de l'alliage est trop faible, les déformations peuvent aboutir à une fissuration. L'idée d'appliquer un préchauffage du bac de fabrication pour éviter la formation de fissures pendant le procédé est donc délicate à mettre en œuvre, et d'autant plus délicate que le préchauffage du plateau de fabrication peut ne pas être homogène. La production de pièces non fissurées en Inconel 738 est possible sans avoir recours au préchauffage, et de ce fait, le préchauffage paraît dispensable.

Il est souvent affirmé que les procédés de fabrication additive sont tout à fait en accord avec l'idée de *développement durable* car ils permettent notamment d'économiser de la matière et de supprimer l'utilisation de fluides toxiques. En réalité, la démonstration des bienfaits est généralement absente et l'argumentation est essentiellement basée sur des considérations émotionnelles plutôt que rationnelles. Par exemple, l'introduction du présent document mentionnait l'« économie de plusieurs milliers de tonnes de liquide de refroidissement » qui, en soit, n'a aucune véritable signification économique ou environnementale. En effet, aucune donnée chiffrée n'est fournie et aucune contrepartie économique n'est mentionnée comme la production du dispositif laser ainsi que sa consommation énergétique, ou la production de la poudre et du gaz protecteur et l'augmentation du transport associé.

La courte analyse énergétique présentée dans le dernier chapitre, et basée sur des recherches bibliographiques, montre clairement que l'argument de l'économie de matière n'est pas toujours pertinent. En d'autres termes, ici comme ailleurs, les progrès annoncés font l'objet d'effets d'annonces pour lesquels l'analyse de fond concernant les gains réels n'est pas faite ou est relégué en question secondaire, à voir *plus tard*.

Outre son aspect historique, le premier chapitre s'est intéressé à présenter différents procédés de fabrication additive. Il a pu être constaté qu'ils sont tous plus ou moins différents et, à ce titre, il est difficile de parler des progrès possible de *la fabrication additive* de manière générale. Parler des progrès que peut fournir un seul procédé est statistiquement plus valable que de discuter l'évolution de la filière. Ceci étant dit, il apparaît évident que chaque procédé est à étudier séparément avec ses propres externalités. Ainsi, faut-il aussi mettre en garde : si

l'objectif est d'alléger les structures pour limiter leur consommation en combustible pendant leur usage, il est à vérifier que, sur l'ensemble du cycle de vie, la modification du procédé de fabrication de ladite structure n'engendre finalement pas plus de déchets. L'analyse est rarement poussée jusqu'au bout et la question de l'énergie grise, finalement, reste en suspens.

Pour éviter toute escroquerie intellectuelle et énergétique, l'utilisation d'un procédé de fabrication additive doit donc être motivée par une analyse de cycle de vie du produit ou par un bilan carbone, *avant* la production de la pièce. À ce sujet, toute pièce fonctionnelle produite par un procédé additif devrait faire l'objet d'une optimisation topologique au préalable. La géométrie complexe ainsi conçue s'ajouterait comme argument en faveur du procédé dans la mesure où le bilan carbone ou le bilan énergétique de l'optimisation ne pèse pas trop lourd. Ces deux démarches ne donnent pas le même arbitrage, et celles-ci doivent être le plus poussé possible, en prenant en compte différentes hypothèses de calcul, afin de décider l'utilisation d'un procédé, plutôt qu'un autre, en ayant un point de vue général sur le produit. Le travail est à produire pour chaque nouveau produit et chaque nouvelle application.

Enfin, de manière purement physique, fabriquer un produit plus vite implique une modification de l'environnement plus intensive et requerrait donc plus d'énergie. Or il semblerait que l'énergie, fer de lance de l'appareil productif, soit plutôt une ressource en déclin, notamment sur le continent ouest-européen. Dans ces circonstances, il est tout à fait légitime de se demander s'il est prudent de développer des technologies énergétiquement intensives ; un déclin dans l'approvisionnement impactera plus durement l'ensemble de la production. Il s'agit d'un investissement à long terme, qu'il convient d'entreprendre en réduisant le risque.

Par construction, un faisceau laser présente une monochromaticité importante, une longueur de cohérence et un temps de cohérence importants. En d'autres termes, la principale particularité d'un faisceau laser est d'interagir très peu avec la matière, notamment pour la propagation dans une fibre optique. Si cette caractéristique est importante pour des applications de télécommunications, elle est justement un handicap dans le traitement de la matière s'il faut la chauffer. Le développement du procédé de fusion sélective par laser passe, entre autres, par l'amélioration du rendement de conversion de l'énergie lumineuse en énergie thermique. Pour cela, il semble important d'étudier de manière plus précise l'interaction entre les photons du faisceau laser et les électrons de l'alliage métallique.

Un premier intérêt doit être apporté dans le choix de la longueur d'onde du faisceau laser. Les faisceaux appartenant au domaine infrarouge sont bien adaptés au chauffage des matières plastiques et des céramiques oxydes et carbures. En revanche, les métaux renvoient une bonne partie de la radiation après absorption par les électrons de valence, ce qui aboutit à un transfert d'énergie important à l'environnement plutôt qu'à la matière métallique. Un faisceau appartenant au domaine visible voire ultraviolet, produisant des photons d'énergie plus importante ainsi que de fréquence plus élevée, réduirait les pertes par réflexion en empêchant la sollicitation des électrons de valence. Par des mécanismes de pertes énergétiques inélastiques, les photons de haute énergie seraient transformés en photons de plus faible énergie pouvant être absorbés directement par le réseau.

Il est aussi possible de travailler sur les modes longitudinaux du laser, reliés à sa bande passante. Plus le faisceau possède de modes longitudinaux et plus le rendement de conversion de l'énergie de pompage en énergie lumineuse en sortie de dispositif laser est important. En outre, il n'est pas à exclure que la multiplication des modes longitudinaux permettent de peupler les différents niveaux d'énergie des phonons plus facilement, c'est-à-dire augmente le rendement d'absorption du faisceau par le matériau, même si cela entraîne une perte de la longueur de cohérence du faisceau.

L'ajout de modes transverses peut aussi permettre d'augmenter le rendement de production du faisceau laser en ajoutant des modes longitudinaux. Les modes transverses transforment le profil gaussien du faisceau pour y ajouter des lobes de densité de puissance plus faible à une certaine distance de la gaussienne centrale, ce qui augmente la taille de l'empreinte. Ces lobes permettraient d'apporter de l'énergie au lit de poudre avant le passage du pic de puissance, comme un préchauffage local, et après le passage du pic de puissance afin de

redonner un peu d'énergie au matériau en fusion. Cela élargirait la palette des orientations des gradients thermiques mais réduirait leur intensité, donc limiterait l'intensité des contraintes formées, et diminuerait la possibilité de fissuration à la solidification pour les alliages qui y sont sensibles. Cependant, il n'est pas à exclure une aggravation de ces problèmes si les paramètres sont mal ajustés ou que le profil ne convient pas. L'existence de plusieurs points chauds peut aussi modifier les mouvements de convection au sein de l'alliage liquide.

Enfin, la polarisation du faisceau laser semble être un paramètre qui doit être pris en compte et sur lequel il est possible de jouer. La quasi-totalité des études faisant intervenir un faisceau laser ne décrivent pas l'état de polarisation dudit faisceau laser. Or, l'interaction entre les photons et les électrons est directement liée à leur état de polarisation, en particulier lorsque l'incidence macroscopique est non nulle ce qui est fondamentalement le cas lors de l'irradiation d'un lit de poudre. En effet, le lit de poudre est le siège de réflexions multiples et de ce fait, il conserve une grande partie de l'énergie lumineuse pour finalement l'absorber même si le matériau réfléchit beaucoup la lumière. La polarisation peut influencer la cinétique d'absorption de l'énergie ainsi que son rendement. Elle influence alors la forme du bain de fusion qui contrôle la solidification de l'alliage.

Différentes études doivent être menées pour déterminer dans quelles mesures ces pistes d'amélioration sont pertinentes et permettent de réduire la dépendance du procédé à l'énergie.

Annexes

A.	L'INTERACTION LUMIÈRE/MATIÈRE	296
A.1.	SOURCES D'ÉLARGISSEMENT DES RAIES SPECTRALES	296
A.1.1.	La largeur naturelle ou largeur quantique	296
A.1.2.	Élargissement par collision	299
A.1.3.	Élargissement par effet Doppler-Fizeau.....	301
A.1.4.	Effet Stark.....	306
A.1.5.	Couplage spin-orbite.....	306
A.1.6.	Effet Zeeman	307
A.1.7.	Isotopes.....	313
A.2.	DIFFUSION D'UN PHOTON PAR UN SYSTÈME PARTICULAIRE	314
A.2.1.	Diffusion élastique à basse énergie : Rayleigh et Mie.....	314
A.2.2.	Diffusion inélastique à basse énergie : Râman et Brillouin.....	318
A.2.3.	Diffusion élastique à haute énergie : Thomson	320
A.2.4.	Diffusion inélastique à haute énergie : Compton.....	320
B.	DÉTERMINATION DU PROFIL DES MODES TRANSVERSES D'UN LASER.....	323
B.1.	MODES POUR UNE SYMÉTRIE CYLINDRIQUE	323
B.2.	MODES POUR UNE SYMÉTRIE RECTANGULAIRE	324
C.	GRANULOMÉTRIE ET ANALYSE D'IMAGES	326
D.	LA SITUATION ÉNERGÉTIQUE EN EUROPE.....	330
D.1.	DÉFINITIONS.....	330
D.1.1.	Énergie.....	330
D.1.2.	Entropie.....	330
D.1.3.	Énergie primaire et énergie finale	331
D.2.	L'ÉNERGIE COMME MESURE DES TRANSFORMATIONS.....	331
D.2.1.	La machine, esclave moderne	331
D.2.2.	Le modèle économique hors de son temps.....	333
D.2.3.	La dictature de l'énergie	334
D.3.	EXTRACTION DES COMBUSTIBLES FOSSILES	339
D.3.1.	Le pic d'extraction.....	340
D.3.2.	Le prix de l'énergie carbonée.....	343
D.4.	LES ÉNERGIES RENOUVELABLES	343
D.5.	LES CONSÉQUENCES EN EUROPE	344
D.6.	LE DÉRÈGLEMENT CLIMATIQUE.....	344
	RÉFÉRENCES.....	349

A. L'INTERACTION LUMIÈRE/MATIÈRE

Tout phénomène d'émission, spontanée ou induite, et d'absorption de rayonnement électromagnétique par un atome ou une molécule correspond à une transition entre deux états énergétiques. Cette transition peut se faire de plusieurs façons différentes suivant l'énergie (et donc la longueur d'onde) qui est en jeu. Les micro-ondes (300 mm~1 mm) d'énergie faible, correspondent à l'excitation du moment dipolaire d'une molécule polaire. Les infrarouges (IR - 1000 μm ~0,7 μm) caractérisent les variations énergétiques des liaisons covalentes et ioniques lors de la vibration ou de la rotation de ces liaisons. La lumière visible (700 nm~400 nm) et les ultraviolets (400 nm~10 nm) correspondent à une variation d'énergie des électrons de valence tandis qu'un rayonnement X (100 Å ~ 0,1 Å) touche les électrons de cœur. Enfin, les rayons γ (<0,1 Å) relèvent des interactions nucléaires.

Lors d'une transition énergétique, le système sollicité, atome ou molécule, passe d'un niveau d'énergie E_0 à un niveau d'énergie E_1 , tous deux bien définis et distincts. Le photon émis ou absorbé par le système possède une énergie $|E_1 - E_0|$ propre à la transition qui s'opère et qui peut être reliée à la longueur d'onde ν_0 du photon, par l'intermédiaire de la constante de Planck h . C'est la loi de Bohr :

$$|E_1 - E_0| = h\nu_0 \quad (\text{A.55})$$

Si la lumière laser est théoriquement monochromatique, c'est-à-dire que tous les photons ont rigoureusement la même longueur d'onde, donc une énergie unique, expérimentalement il est observé que l'absorption n'est pas localisée à une fréquence unique, mais qu'elle s'étale sur une certaine plage. C'est la raie d'absorption. La variation d'absorption en fonction de la fréquence est appelée le profil de la raie, et l'ensemble des profils de raies constitue le spectre d'absorption. Les mêmes notions sont définies pour l'émission. Cet élargissement de la raie traduit un étalement des niveaux d'énergies qui provient de plusieurs phénomènes physiques dont notamment la durée de vie finie des états d'énergie et le mouvement non nul des atomes. Un certain nombre de ces phénomènes physiques, et plus particulièrement leurs conséquences sur la largeur de raie sont détaillés par la suite. [ORS80]

A.1. SOURCES D'ÉLARGISSEMENT DES RAIES SPECTRALES

A.1.1. La largeur naturelle ou largeur quantique

L'origine de la théorie des quanta indique qu'une interaction dans le monde microscopique ne peut se produire que s'il y a une certaine énergie ΔE qui s'échange pendant un certain temps Δt . Le produit de ces grandeurs ne peut être rendu arbitrairement petit ; il est toujours supérieur au *quantum d'action* \hbar , si bien que : [COH95]

$$\Delta E \Delta t \geq \hbar \quad (\text{A.56})$$

$$\Delta \vec{x} \Delta \vec{p} \geq \hbar \quad (\text{A.57})$$

Avec $\hbar = \frac{h}{2\pi}$ la constante de Planck réduite, ou constante de Dirac, et h la constante de Planck. Les grandeurs $\Delta \vec{x}$ et $\Delta \vec{p}$ représentent respectivement la position et l'impulsion d'une particule. Le quantum d'action est une quantité microscopique indivisible. L'action d'un système est définie comme le produit d'une énergie par un temps ou d'une quantité de mouvement par une variable de position, caractéristique du système étudié. Les processus qui mettent en jeu une action égale au quantum d'action sont des processus élémentaires qu'il n'est pas possible de décrire à l'aide d'équations différentielles. La seule description qu'il peut en être fait est probabiliste. Par exemple, l'absorption ou l'émission d'un photon par un atome dont un électron

change de niveau ou bien la radioactivité β sont des processus qu'il faut renoncer à décrire individuellement de manière déterministe.

Les équations (A.56) et (A.57) sont en fait les inégalités de Heisenberg temporelle et spatiale, deux des *relations d'indétermination de Heisenberg* énoncées en 1927, aussi connu sous la dénomination de *principe d'incertitude de Heisenberg*. Comme il le sera vu plus loin, le terme *incertitude* tend toutefois à refléter une *subjectivité* quant à l'incapacité à mesurer expérimentalement certaines grandeurs très précisément, avec les dispositifs physiques actuels. En l'occurrence, il s'agit plutôt d'une impossibilité *transcendante*, de mesurer ces grandeurs de manière *exhaustive* car une particule, comme un électron, n'est ni une onde, ni un corpuscule. D'aucuns peuvent y voir ici le signe de l'insuffisance des conceptions actuelles d'ondes et de corpuscules. [HEI72]

Le terme employé par Heisenberg était bien initialement *unsicherheit*, mais du fait d'une vulgarisation hasardeuse de cette notion, et des contre-sens désastreux qui faisaient jour, il le remplaça par *unbestimmtheit* ; la traduction française ne fut pas modifiée à l'époque. Pour ces raisons le terme *indétermination* est préféré à celui d'*incertitude*.

Les quantités \vec{x} et \vec{p} de l'équation (A.57) permettraient, dans une représentation classique, de déterminer la trajectoire d'une particule. Selon Heisenberg, cette équation annonce qu'il est impossible d'observer la trajectoire d'un électron dans un atome. Claude Aslangul traduit cette impossibilité comme étant due au fait que la trajectoire de l'électron *n'existe pas*. Et c'est parce qu'elle n'existe pas qu'elle ne peut être observée. [ASL12]

En prenant la même équation, Étienne Klein décrit l'indétermination en expliquant que lors de la mesure de la position d'un électron quelconque, le dispositif expérimental « torture » l'électron *délocalisé*, délocalisé car décrit par une fonction d'onde, et le somme de prendre une position bien définie dans l'espace. Le résultat de la mesure indique une position précise, mais ce résultat n'indique aucunement la position de l'électron avant la mesure, puisque celui-ci était délocalisé ; parmi les différents états possibles qui s'offraient à l'électron, celui-ci a dû en choisir un. Il y a eu une « réduction du paquet d'onde ». Le fait d'effectuer la mesure a changé le vecteur d'état de l'électron (sa représentation mathématique dans un espace de Hilbert). L'électron n'est plus dans son état initial, qui était un état superposé dans lequel la position était définie de manière probabiliste. Dans ce nouvel état de position déterminé, la mesure de la vitesse de l'électron ne donne que la vitesse de l'électron dans cet état... Il est désormais impossible de déterminer l'impulsion que la particule avait dans son état initial délocalisé. Réciproquement, la mesure de l'impulsion change l'état de la particule électronique donc la position de l'électron dans son état initial ne devient plus accessible à la mesure.

En d'autre terme, la description courante, et toujours d'actualité, de la relation d'incertitude (A.57) énoncée ainsi : « il n'est pas possible de connaître avec une précision arbitraire, la vitesse et la position d'une particule », tend à faire croire qu'une telle particule quantique a une position et une vitesse bien déterminées, et que la mécanique quantique empêche de les connaître (avec une précision arbitraire). De cette façon, le « principe d'incertitude » est présenté comme une règle qui soutient l'idée que les propriétés d'une particule existent comme si celle-ci était classique, mais que ses propriétés ne sont plus connaissables comme avant. Ceci est un contresens absolu. Une particule quantique n'est jamais un corpuscule ; les notions de vitesse et de position pour *un champ quantique*, n'ont aucun sens. Le « principe d'incertitude » devient alors un *principe d'indétermination* qui dit que lorsqu'une mesure est faite sur un objet quantique, pour obtenir un de ses paramètres classiques, comme la position par exemple, une fois que celle-ci est mesurée, il n'est pas possible de dire que cette position préexistait à la mesure. De fait, « ce principe (d'indétermination) ne limite pas notre capacité à connaître le monde physique ; il limite la puissance de connaître, de la physique classique. » [KLE01][KLE12]

L'inégalité (A.56) se comprend différemment du fait qu'elle ne concerne pas deux observables ; en effet, le temps n'est pas une observable, mais un paramètre. Gilles Cohen-Tannoudji écrit que « l'inégalité temps-énergie [...] signifie que si l'on veut vérifier expérimentalement la loi de conservation de l'énergie en faisant une première mesure, puis en

répétant la mesure après un temps Δt , on trouvera lors de la seconde mesure des écarts par rapport à la loi de conservation, d'une valeur ΔE reliée à Δt par l'inégalité (A.56). » En fait, « dans une petite région spatio-temporelle définie par Δt et $\Delta \vec{x}$, les lois de conservation de l'énergie et de l'impulsion peuvent être violées avec des erreurs ΔE et $\Delta \vec{p}$ reliées à Δt et $\Delta \vec{x}$ par les inégalités (A.56) et (A.57). » [COH95]

La description de Feynman de la physique quantique, qui consiste à additionner des *flèches* d'amplitude de probabilité permet d'éviter ces considérations philosophiques.

L'indétermination ΔE sur l'énergie conduit, par application de la loi de Bohr (A.55), à une indétermination $\hbar \Delta \nu_n$ sur la mesure de la fréquence. Ainsi, en prenant le meilleur des cas, c'est-à-dire celui où l'indétermination est la plus faible, et qui n'est rigoureusement valable que pour une particule décrite par une fonction d'onde gaussienne⁴⁴, il vient : [SCH10][HEI72]

$$\Delta \nu_n \sim \frac{1}{2\pi\tau} \quad (\text{A.58})$$

Cette relation permet d'observer que la largeur naturelle augmente lorsque la durée de vie de l'état excité diminue.

En différenciant l'expression qui relie la longueur d'onde à la fréquence, c'est-à-dire $\nu = c_0 \lambda^{-1}$, pour une onde électromagnétique, il est possible d'obtenir une relation simple qui relie la largeur fréquentielle $\Delta \nu$ à la largeur en longueur d'onde $\Delta \lambda$:

$$|\Delta \lambda| = \frac{\lambda^2}{c} \Delta \nu \quad (\text{A.59})$$

Avec c la vitesse de la lumière.

Généralement, la durée de vie d'un niveau excité est de l'ordre de 10^{-8} à 10^{-7} seconde ce qui permet de calculer que l'indétermination sur l'énergie est de quelques unités à quelques dizaines de neV (10^{-9} à 10^{-8} eV). Comparée aux énergies mises en jeu entre les rayonnements micro-ondes et γ qui s'échelonnent entre le meV et quelques keV, cette indétermination est négligeable. Toutefois, dans l'étude des interactions entre les électrons de cœur et les noyaux, c'est-à-dire les interactions hyperfines, comme dans le cas de la spectroscopie Mössbauer, cette indétermination peut apparaître significative. [SKO03]

L'élargissement quantique s'applique à tous les atomes de manière analogue. Il est alors qualifié d'*homogène*. Il présente un profil qui suit la loi de Cauchy, plus couramment référencée sous le nom de loi de Lorentz. L'intensité absorbée de l'onde électromagnétique, K_L , en fonction de la fréquence s'écrit :

$$K_L(\nu) = \frac{1}{\pi} \frac{\Delta \nu_L}{(\nu - \nu_0)^2 + \Delta \nu_L^2} \quad (\text{A.60})$$

où $\Delta \nu_L$ représente la demi-largeur à mi-hauteur de la distribution, c'est-à-dire que $\Delta \nu_L = \Delta \nu_n/2$. La distribution de Lorentz, ou *lorentzienne*, est visible sur la Figure A.1.

⁴⁴ Une telle fonction d'onde correspond à la solution de l'équation de Schrödinger pour une particule élémentaire libre, c'est-à-dire soumise à aucun potentiel. Cela représente un cas idéal. En effet, même dans le cas *simple* d'un atome d'hydrogène, pour lequel la fonction d'onde gaussienne est souvent attribuée à l'électron, ce dernier est toutefois soumis à un potentiel coulombien du fait de sa charge électronique et de celle du proton

A.1.2. Élargissement par collision

L'élargissement par collision est extrêmement compliqué et, en pratique, les théories sont sujettes à un certain nombre d'approximation pour obtenir un développement mathématique *simple*.

Dans les milieux concentrés (gaz comprimés, liquides ou solides), les molécules, les atomes et les électrons sont en interaction. Il s'agit principalement de collisions. Lorsqu'il y a conservation à la fois de la quantité de mouvement et de l'énergie cinétique, le choc est dit élastique. Lorsque l'énergie cinétique n'est pas conservée, le choc est alors qualifié d'inélastique et l'énergie cinétique est convertie en énergie interne dans au moins un des corps. D'autres interactions existent, notamment celles de type électrostatique, mais elles présentent un effet beaucoup moins important.

Dans tous les cas, ces collisions induisent des perturbations. Il peut s'agir de transfert d'énergie interne, de changement d'orientation des moments cinétiques ou encore de modifications momentanées des niveaux d'énergie. [CAG02]

En ce qui concerne ces niveaux d'énergie, les collisions peuvent induire des recombinaisons non radiatives en transférant l'énergie à un autre corps, mais elles peuvent aussi réduire le temps de vie d'un niveau excité. Conformément à la relation établie avec l'aide du théorème de Heisenberg (A.58), une réduction du temps de vie d'un niveau excité conduit à un élargissement de la raie d'absorption ou d'émission. Cet élargissement est d'autant plus grand que la durée de vie est courte.

Le libre parcours moyen des atomes et molécules, et donc le temps entre collision est déterminé par la température, mais aussi et surtout par le nombre de particule dans le milieu par unité de volume. Pour les gaz, l'élargissement par collision dépend donc, en outre, de la pression.

La théorie de l'impact postule que le temps que dure une collision est très court devant le temps entre deux collisions. Ainsi il n'est souvent considéré que des collisions binaires. De cette approximation vient le fait que l'élargissement par collision présente, comme l'élargissement naturel, un profil de Lorentz. C'est un élargissement homogène. La demi-largeur à mi-hauteur de la distribution $\Delta\nu_c$ s'exprime en fonction du diamètre D_a de l'atome, de sa masse M_a , de la température T et de la pression P : [STO63]

$$\Delta\nu_c = \frac{4\sqrt{\pi}D_a^2}{\sqrt{M_a k_B}} \frac{P}{\sqrt{T}} \quad (\text{A.61})$$

avec k_B la constante de Boltzmann.

Une autre façon d'écrire cette équation, en fonction de $\Delta\nu_{c0}$, la demi-largeur à mi-hauteur à la température T_0 et à la pression P_0 est :

$$\Delta\nu_c = \Delta\nu_{c0} \frac{P}{P_0} \gamma(T_0) \left(\frac{T_0}{T}\right)^n = \Delta\nu_{c0} \gamma(T) \frac{P}{P_0} \quad (\text{A.62})$$

avec $\gamma(T_0)$ un coefficient qui dépend du type de particules intervenant dans le choc (ion, atome neutre, noyau, électron, etc.), de la transition radiative et de la température T_0 , n un réel compris entre 0 et 1, qui dépend également du choc et qui tend à donner la pression comme le facteur principal d'élargissement. De même que $\Delta\nu_{c0}$, ces valeurs de n et γ doivent être déterminées expérimentalement. La base de données *Hitran* regroupe une certaine quantité de ces paramètres, en particulier le coefficient γ . [HIT11][PRE09][ROT09]

La Figure A.1 représente le profil de Lorentz, décrit par l'équation (A.60), c'est-à-dire le profil de la raie soumise à un élargissement homogène. Cet élargissement homogène provient à

la fois de la largeur naturelle et du phénomène de collision. Dans la mesure où $\Delta\nu_L$ représente la demi-largeur à mi-hauteur, la prise en compte des deux effets cumulatifs s'écrit : [ST063]

$$\Delta\nu_L = \frac{\Delta\nu_n}{2} + \Delta\nu_c \quad (\text{A.63})$$

À simple titre d'exemple, les effets de la température et de la pression peuvent être tous deux observés sur la Figure A.2. Les élargissements ont été calculés en prenant le produit $\Delta\nu_{c0}\gamma(T_0)$ unitaire, $T_0 = 298$ K et $P_0 = 1$ atm. La référence correspond aux conditions standards de température et de pression, et possède donc une demi-largeur à mi-hauteur unitaire. L'influence de chacun des paramètres P et T, puis de l'ensemble, a été représentée pour des valeurs étant égales à 10% et 50% des valeurs P_0 et T_0 . Deux systèmes de collisions ont été choisis pour montrer l'effet du facteur n .

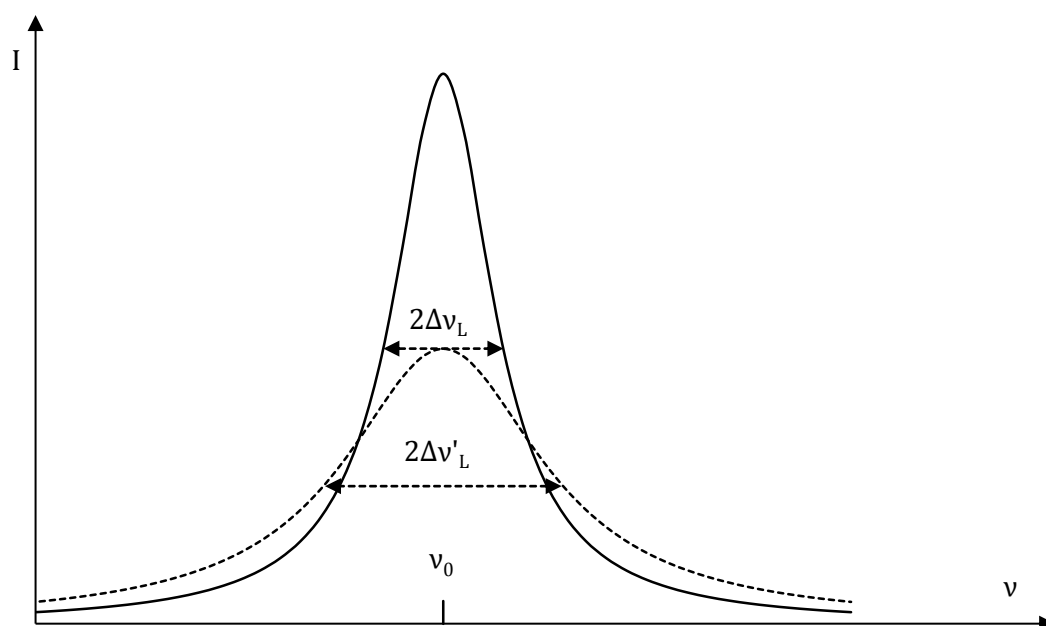


Figure A.1 – Profil de Lorentz qui représente l'élargissement homogène qui provient de la durée de vie limitée des états excités ainsi que des collisions entre molécules et atomes voisins. Les deux courbes ne se différencient que par la demi-largeur à mi-hauteur.

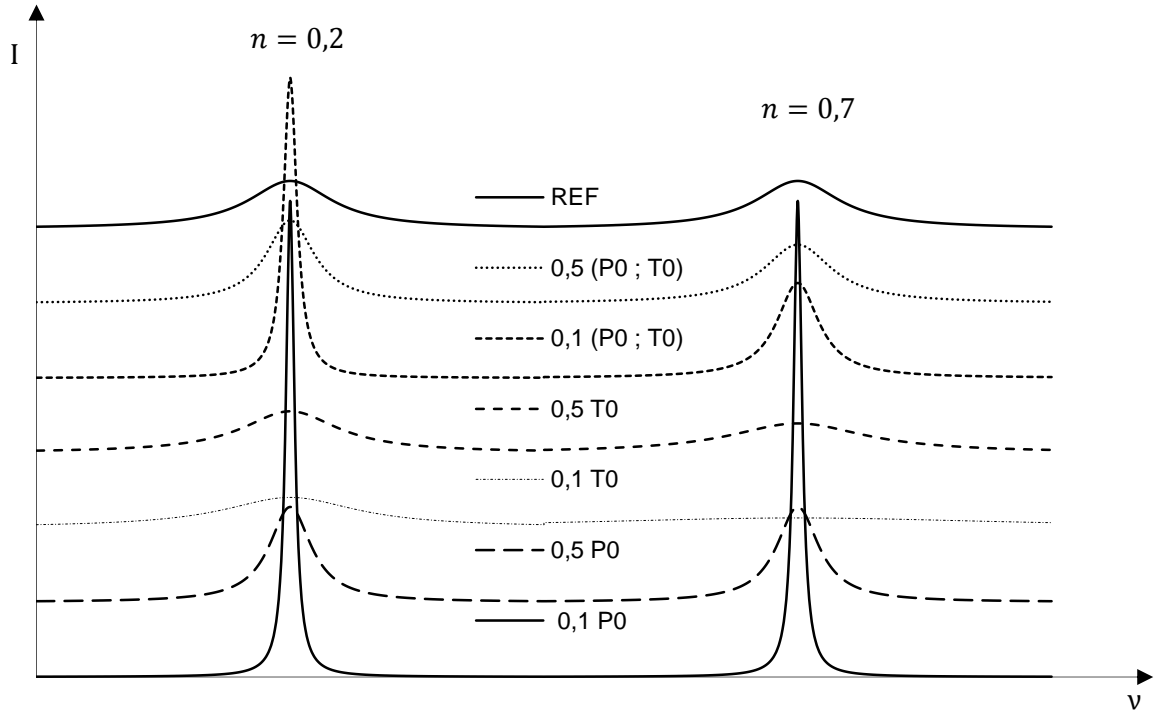


Figure A.2 – Effet de la température, de la pression et des deux paramètres à la fois sur le profil de raie dû aux collisions.

Outre l'élargissement de la raie, la pression peut induire un décalage fréquentiel de celle-ci. Les collisions peuvent aussi induire des modifications de la phase de l'onde. Pour plus de précision quant à l'effet de la pression et de la température, il est possible de se référer à [KLA03], [CAL08], [RAH06], [PRE09] et [STO63].

A.1.3. Élargissement par effet Doppler-Fizeau

Cet élargissement est le fait de l'agitation thermique. Les centres émetteurs de lumière, qu'il s'agisse d'atomes ou de molécules, ne sont généralement pas au repos et sont donc animés d'un mouvement. C'est d'ailleurs ce qui permet de définir une température. Dans un gaz, il s'agit d'un mouvement brownien et, à l'équilibre thermodynamique, leur vitesse peut être exprimée à l'aide de la théorie cinétique des gaz par la loi de distribution de Maxwell :

$$P(v) = 4\pi \left(\frac{m_a}{2\pi k_B T} \right)^{\frac{3}{2}} v^2 e^{-\frac{m_a v^2}{2 k_B T}} \quad (\text{A.64})$$

Avec m_a la masse de l'atome ou de la molécule gazeuse, v la vitesse de cette masse, k_B la constante de Boltzmann et T , la température absolue. Cette distribution permet de définir une vitesse v_p , qui est la vitesse la plus probable et qui s'exprime à l'aide de la vitesse quadratique v_q . Ces deux vitesses sont représentées sur la Figure A.3 qui illustre la distribution de Maxwell.

$$v_p = \sqrt{\left(\frac{2}{3}\right)} v_q = \sqrt{\left(\frac{2}{3}\right)} \sqrt{\left(\frac{3 k_B T}{m_a}\right)} = \sqrt{\left(\frac{2 k_B T}{m_a}\right)} \quad (\text{A.65})$$

Pour prendre quelques exemples numériques, la vitesse la plus probable, à température ambiante ($\sim 25^\circ\text{C}$), de l'azote dans l'air est de 419 m.s^{-1} , celle de l'oxygène est de 392 m.s^{-1} , celle de l'argon est de 351 m.s^{-1} , celle de l'eau H_2O est de 523 m.s^{-1} , celle de l'eau lourde D_2O est de 496 m.s^{-1} , celle du $^{12}\text{CO}_2$ est de 334 m.s^{-1} tandis que celle du $^{13}\text{CO}_2$ est de 331 m.s^{-1} ,

pour un neutron supplémentaire dans le second isotope du carbone le plus abondant. Ainsi, pour un même gaz, la distribution de vitesse peut dépendre des isotopes des atomes considérés, ainsi que de leur abondance respective, puisque ceux-ci n'ont pas tous la même masse.

Au passage, il peut être noté que $\frac{k_B}{m_a} = \frac{R}{M_a}$, avec R la constante des gaz parfaits et M_a la masse molaire de l'élément en mouvement.

Il peut être aussi remarqué que la forme de la distribution de Maxwell dépend uniquement du quotient m_a/T , ou de M_a/T d'après ce qui précède. Ainsi toute valeur de M_a et de T qui aboutissent à un quotient égal présenteront la même distribution. Par exemple, la distribution de vitesse du néon à 300 K ($\frac{M_{Ne}}{T} = \frac{20 \text{ g.mol}^{-1}}{300 \text{ K}} = 2/30 \text{ g.mol}^{-1}\text{K}^{-1}$) est la même que celle du dihydrogène à 30 K ($\frac{M_{H_2}}{T} = \frac{2 \text{ g.mol}^{-1}}{30 \text{ K}} = 2/30 \text{ g.mol}^{-1}\text{K}^{-1}$). Il apparaît alors une certaine *complémentarité* entre masse et température. En outre, en considérant plutôt le rapport M_a/RT , cette *complémentarité* se fait entre masse et énergie...

La Figure A.3 présente l'influence de la température et de la masse molaire sur l'allure de la distribution de Maxwell ; à cette fin, le Néon ($M_{Ne} = 20 \text{ g.mol}^{-1}$) et le Xénon ($M_{Xe} = 132 \text{ g.mol}^{-1}$) sont représentés à 300 K ou 700 K.

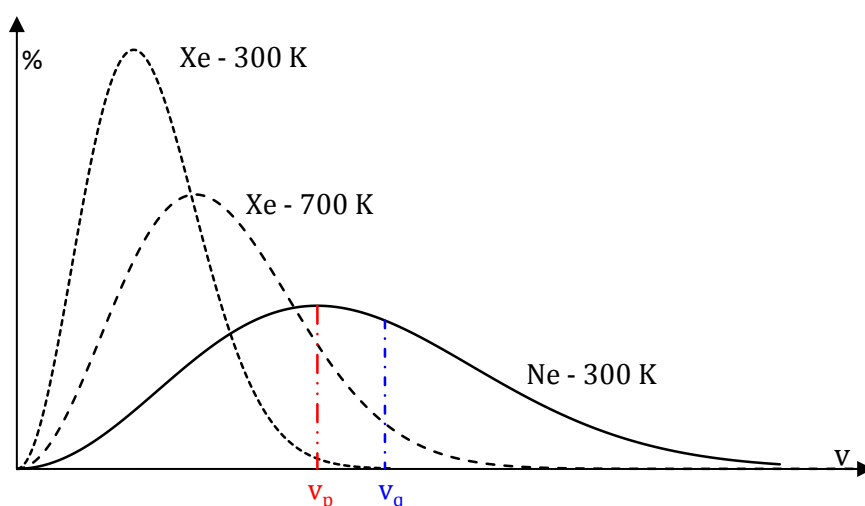


Figure A.3 – Distribution des vitesses de Maxwell et indication de la vitesse la plus probable et de la vitesse quadratique. En outre, la figure présente l'influence de la température et de la masse de l'atome en mouvement sur la distribution.

Dans les solides cristallisés, les atomes vibrent autour de leur position d'équilibre par le fait d'ondes élastiques créées par des impulsions extérieures, comme les ondes électromagnétiques, ou simplement par l'agitation thermique. Ces ondes sont formées de phonons. Les phonons sont des quasi-particules⁴⁵ caractérisées, entre autre, par un vecteur d'onde \vec{k} et une pulsation ω . Cette dernière est fonction du nombre d'onde k , qui est la norme du vecteur d'onde \vec{k} et la fonction $\omega(k)$ est appelée *relation de dispersion*. La relation de dispersion est souvent calculée en considérant un atome dans un cristal comme une masse et les liaisons avec ses voisins comme des ressorts. Différentes expressions peuvent être obtenues suivant la complexité du système étudié, comme par exemple, le nombre de dimension prises en compte, le

⁴⁵ Une quasi-particule est un concept utilisé en physique pour décrire des systèmes en interaction dont le comportement peut être caractérisé par une particule fictive plus ou moins libre. Si les électrons et les photons sont des particules réelles, à l'inverse, les trous d'électrons et les phonons, par exemple, sont des quasi-particules.

nombre d'atomes de nature différente et le nombre d'atomes voisins affectant le mouvement de l'atome pour lequel le calcul est fait.

Pour une chaîne unidimensionnelle de N atomes de même élément, de distance interatomique a , où seuls les termes d'interaction entre les (deux) premiers voisins sont pris en compte, et en considérant que les oscillations sont petites, la relation de dispersion s'écrit : [ASL05]

$$\omega(k) = w_k = 2\omega_0 \left| \sin\left(\frac{ka}{2}\right) \right| \quad (\text{A.66})$$

Avec ω_0 la fréquence naturelle de vibration, $k = \frac{n\pi}{aN}$ où $n = \pm 1, \pm 2, \dots, \pm N$. La présence de n traduit la quantification des fréquences de vibrations. Chacune des valeurs de n caractérise un mode de vibration particulier. Du fait de la parité de la relation de dispersion, la dégénérescence est égale à deux pour chaque mode de vibration. L'énergie qui est associée à un mode s'écrit, avec n positif ou nul :

$$E_k(n) = \left(n + \frac{1}{2}\right) \hbar \omega_k \quad (\text{A.67})$$

Chaque état d'énergie associé à un mode de vibration d'un phonon, qui peut aussi être vu comme un oscillateur harmonique unique, est peuplé d'un certain nombre de ces phonons. Cette population est décrite par la statistique de Bose-Einstein :

$$n_i(\omega_k) = \left[e^{\frac{\hbar \omega_k}{k_B T}} - 1 \right]^{-1} \quad (\text{A.68})$$

Il peut alors être montré que l'énergie moyenne d'un oscillateur harmonique vibrant à la pulsation ω_k s'exprime sous la forme : [PAR11]

$$\langle E_k \rangle = \frac{1}{2} \hbar \omega_k + \frac{\hbar \omega_k}{e^{\frac{\hbar \omega_k}{k_B T}} - 1} \quad (\text{A.69})$$

Cette dernière équation permet d'observer qu'un accroissement de la température augmente l'énergie de l'oscillateur harmonique, donc la vitesse de vibration des atomes. Cette vibration a, bien sûr, lieu dans toutes les directions de l'espace.

Les équations (A.67) et (A.69) font apparaître un facteur $\hbar \omega_k/2$ qui se présente comme l'énergie la plus basse possible, qui existerait même sans vibration, et qui n'est donc pas nulle : c'est l'énergie de point zéro. Son origine provient des relations d'indétermination qui interdisent de minimiser simultanément l'énergie cinétique et l'énergie potentielle. Parfois, cette énergie n'est pas mentionnée. [EFP13]

En ce qui concerne les solides non cristallisé, c'est-à-dire amorphes, ou les liquides, la vitesse des atomes s'exprime de façon différente, mais elle augmente toujours avec la température, conformément à la définition de cette dernière. Il en va de même dans les plasmas. Ceci simplement pour illustrer, mathématiquement, le phénomène d'agitation thermique et montrer qu'il agit sur la matière de façon bien différente suivant son état physique.

Pour revenir à l'effet Doppler-Fizeau⁴⁶ à proprement parler, illustré par la Figure A.4, si une onde de fréquence ν_0 se propage dans un repère suivant un vecteur unitaire \vec{u} orienté vers

⁴⁶ L'effet Doppler fut découvert par l'autrichien Christian A. Doppler et énoncé pour la première fois le 25 mai 1842 lors d'une présentation devant la *Royal Bohemian Society of the Sciences* à Prague. En 1842, il publia un article décrivant le phénomène : *Über das farbige Licht der Doppelsterne und einige andere Gestirne des Himmels* (Sur la lumière colorée des étoiles doubles et de quelques autres astres du ciel). Trois ans plus tard, en 1845 donc, une expérience réalisée par le météorologue néerlandais Christoph H. D. Buys

l'observateur avec une célérité c et est reçue dans le repère de l'observateur, se déplaçant avec une vitesse relative \vec{v} non relativiste, alors elle est vue dans ce dernier repère avec une fréquence ν telle que :

$$\nu = \nu_0 \left(1 - \frac{\vec{v} \cdot \vec{u}}{c} \right) \quad (\text{A.70})$$

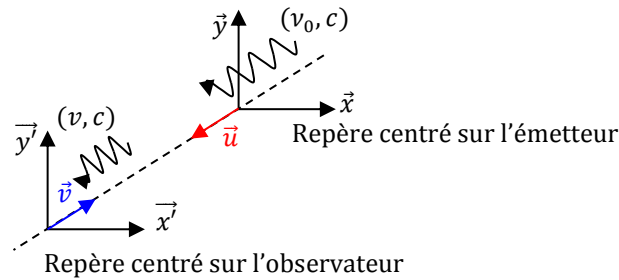


Figure A.4 – Schéma illustrant l'effet Doppler-Fizeau.

Si le récepteur s'éloigne de l'émetteur, c'est le cas $\vec{v} \cdot \vec{u} = +v$, alors la fréquence apparente est diminuée (correspondant à un décalage vers le rouge pour une onde électromagnétique visible⁴⁷) et si le récepteur s'approche de l'émetteur, c'est donc le cas $\vec{v} \cdot \vec{u} = -v$, la fréquence apparente est augmentée (correspondant à un décalage vers le violet). Les atomes ayant un mouvement dans toutes les directions de l'espace et, puisqu'*a priori* aucune de ces directions n'est privilégiée, elles ont toutes une probabilité d'occurrence égale. L'effet Doppler-Fizeau issu de chacune des directions de propagation se cumule, ce qui conduit à un élargissement de la raie. Il reste tout de même à noter que toute direction de propagation, ou composante de la vitesse, se situant dans le plan normal à la direction de propagation de l'onde ne participe pas à cet effet. Assurément, dans ce cas, $\vec{v} \cdot \vec{u} = 0$ et ces directions de propagation participent alors à l'absorption de la valeur centrale. L'élargissement par effet Doppler-Fizeau est souvent qualifié d'élargissement *hétérogène*.

Ballot confirma sa théorie : quinze trompettistes furent placés dans un wagon ouvert, tiré par une locomotive, sur la ligne Utrecht-Amsterdam. Les trompettes jouaient la même note à l'unisson, et les grands chefs d'orchestre, immobiles, placés le long de la voie, affirmèrent avoir perçu un changement dans la tonalité des notes, donc un changement dans la fréquence, au passage du wagon, sans que le but de l'expérience ne leur eut été dévoilé au préalable. Doppler essaya ensuite d'appliquer son principe pour expliquer les différentes couleurs des étoiles, et en particulier les étoiles doubles, mais sans succès. Cela aurait en effet supposé que les étoiles se déplaçaient avec une vitesse proche de celle de la lumière. L'effet Doppler ne concerne alors que les ondes acoustiques. En 1848, l'astronome français A. Hippolyte L. Fizeau développe le même principe, de façon indépendante, et l'étend, de manière concluante, aux ondes lumineuses : la couleur ne change pas, ce sont les positions des raies spectrales qui changent. Ainsi, Fizeau permit, le premier, d'étendre l'effet Doppler aux ondes électromagnétiques ; mais la science anglo-saxonne ne le crédite pas...

Avec l'effet Doppler est venu le fait que la perception de phénomènes physiques pouvait être modifiée en fonction de l'état de mobilité de l'observateur. Ce principe n'était donc pas largement accepté et il faisait l'objet de controverse. En 1852, le mathématicien allemand hongrois Joseph Petzval, a déclaré qu'aucune déduction scientifique utile ne pouvait être faite des équations élémentaires de Doppler... En 1860, le physicien Ernst Mach, lui aussi autrichien, ignorant le travail de Fizeau, arriva aux mêmes conclusions que ce dernier, et leva l'incompréhension qui entourait ce phénomène. Ernst Mach est maintenant plus connu pour ses travaux dans le domaine des vitesses supersoniques et par le nombre qui porte son nom : le nombre de Mach. [THE05][TOM84][ROT04]

⁴⁷ Le décalage vers le rouge est bien connu en astrophysique car il permet de caractériser, notamment, l'éloignement des galaxies.

Cet élargissement se calcule facilement dans les gaz, en les considérant parfaits. Puisque la distribution des vitesses des atomes suit une distribution de Maxwell, la distribution des fréquences suit, du fait de l'intégration, une loi normale centrée autour de la fréquence ν_0 de l'onde incidente. Ainsi, l'absorption K_{DF} s'écrit en fonction de la fréquence :

$$\begin{cases} K_{DF}(\nu) = \frac{1}{\sigma_{DF}\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{\nu-\nu_0}{\sigma_{DF}}\right)^2} \\ \sigma_{DF} = \frac{\nu_0}{c_0} \sqrt{\frac{k_B T}{m_a}} \end{cases} \quad (A.71)$$

Avec σ_{DF} l'écart-type de la loi normale.

Il est alors défini l'élargissement Doppler-Fizeau $\Delta\nu_{DF}$ de la raie, visible sur la Figure A.5, correspondant à la largeur à mi hauteur de la courbe :

$$\Delta\nu_{DF} = 2\sigma_{DF}\sqrt{2\ln 2} = \frac{2}{\lambda_0} \sqrt{\frac{2k_B T \ln 2}{m_a}} \left(= \frac{2\sqrt{\ln 2}}{\lambda_0} v_p, \text{ pour les gaz} \right) \quad (A.72)$$

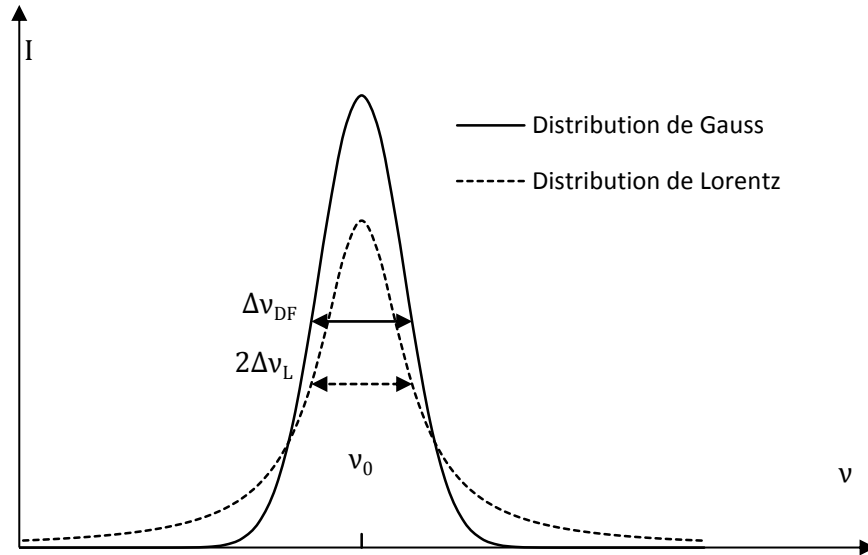


Figure A.5 – Profil de Gauss qui représente l'élargissement hétérogène qui provient de l'effet Doppler-Fizeau lié à l'agitation thermique. À titre comparatif, le profil de Lorentz est représenté en pointillé, et ajusté pour présenter la même intensité globale et la même largeur à mi-hauteur.

Dans de nombreux cas, il est possible de faire l'approximation que l'effet Doppler-Fizeau est statistiquement indépendant de l'élargissement par collision. Cependant, toute collision produit un déphasage ainsi qu'un changement de la vitesse (vectorielle), ne serait-ce qu'au niveau de la direction... La pression peut donc influencer aussi cet effet d'élargissement.

Dans les cas où la fréquence de collision des particules est très supérieure à la largeur Doppler-Fizeau, le profil de Gauss devient un profil de Lorentz, et la raie spectrale ne s'élargit pas avec la fréquence de collision, mais au contraire s'amincit. [VAL02]

L'effet Doppler est bien connu par l'éternel exemple de la sirène d'ambulance, et l'effet Doppler-Fizeau par la détermination de la vitesse d'éloignement des galaxies. De plus, lorsque ce dernier est associé à la pression de radiation des lasers, il participe à l'un des nombreux moyens de refroidissement d'atomes, jusqu'à des températures de quelques microkelvins [ASP94]. Il apparaît aussi important dans le secteur nucléaire où il intervient dans la création d'une contre-

réaction de température au sein du cœur des réacteurs. Il constitue le premier effet stabilisant des réacteurs nucléaires à ^{238}U . [REU03]

A.1.4. Effet Stark

Nommé d'après le physicien allemand Johannes Stark qui l'a découvert, cet effet traduit le fait que le spectre de raie est perturbé lorsque la particule émissive (atome ou molécule) est soumise à un champ électrique. En effet, lorsqu'un atome est placé dans un champ électrique extérieur, ses niveaux d'énergies éclatent en plusieurs niveaux d'énergie voisins. Une raie se multiplie en plusieurs raies très voisines qui forment un multiplet. L'écart entre celles-ci augmente avec l'intensité du champ, de manière linéaire jusqu'à des intensités de plusieurs centaines de kV/m. C'est précisément l'effet Stark. Lorsqu'il s'agit de l'absorption de rayonnement, l'effet est parfois appelé *effet Stark inverse*.

Cet effet est relativement indépendant de la température, mais varie linéairement avec la densité électronique (ou ionique). Il est donc utilisé pour la mesure de densité d'électron dans un plasma froid. Comme le calcul de l'élargissement Stark pour des espèces non hydrogénoïdes est très complexe, de l'hydrogène est parfois ajouté au gaz du plasma pour mesurer sa densité d'électrons par l'intermédiaire d'une espèce *simple*, tout en prenant soin de vérifier que l'hydrogène ne perturbe pas sensiblement le plasma.

Du fait de la complexité calculatoire, le développement de l'effet Stark n'est souvent décrit que qualitativement ou appliqué principalement à l'hydrogène, et notamment aux raies de Balmer. [SCH33][DEL04][OMN00][ASL08]

Pour cet atome, le champ électrique imposé modifie le potentiel auquel est soumis l'unique électron : il n'est plus purement coulombien. Il s'opère alors une levée de dégénérescence des niveaux d'énergie. Pour des atomes plus complexes, la charge des électrons fait que ces derniers se *gênent* mutuellement⁴⁸. Le potentiel qu'ils perçoivent n'est ni coulombien ni statique, mais constamment modifié, ce qui le rend d'autant plus difficilement prédictible. Pour ces atomes à plusieurs électrons, l'ajout d'un champ électrique extérieur ne simplifie pas le système, pas plus que les équations.

Cet effet est notamment responsable de la modification des raies spectrales des particules chargées telles que les ions. Il n'est pas nécessaire d'avoir un champ très intense. Il en résulte un décalage ou un élargissement de la raie, voire les deux.

A.1.5. Couplage spin-orbite

L'électron est la première particule élémentaire dont le spin⁴⁹ fut détecté. À la suite de plusieurs expériences qui n'ont pas pu être interprétées en termes classiques, Goudsmit et Uhlenbeck formulèrent, en 1925, l'hypothèse suivante : « *Tout électron possède un moment angulaire intrinsèque (spin) égal à $\hbar/2$, qui correspond à un moment magnétique d'un magnéton de Bohr, $\mu_B = e\hbar/2m_e c$* ». [GRE99]

⁴⁸ Cela peut s'apparenter, sur un tout autre ordre de grandeur, aux forces de gravitation exercées par des corps stellaires sur d'autres corps, plus légers, qui modifient la trajectoire de ces derniers (forces de marées).

⁴⁹ Le nom de *spin* qui provient de l'anglais indiquerait un état de rotation. Ce nom se justifie d'un point de vue historique mais est trompeur. Le spin est une propriété intrinsèque et naturelle des particules dans le contexte quantique et relativiste qui permet de les décrire. Il n'a pas d'équivalent en physique classique. Malgré les problèmes conceptuels et philosophiques que cela peut poser actuellement, le spin apparaît comme le moment cinétique d'un objet où rien ne tourne. L'image traditionnelle décrivant le spin électronique comme le moment cinétique dû à la rotation de l'électron sur lui-même est rassurante, mais fautive. Pauli montrait dès 1924, compte tenu des dimensions connues de l'électron, pris comme une entité classique, qu'une telle rotation indiquerait une vitesse tangentielle, au niveau de l'équateur de l'électron, supérieure à la vitesse de la lumière. Ceci est en contradiction avec la théorie de la relativité restreinte. [KLE01]

À cause du champ magnétique induit par la rotation des électrons chargés autour du noyau, le moment magnétique intrinsèque de l'électron, c'est-à-dire ledit spin, peut s'orienter dans deux directions différentes : c'est le couplage spin-orbite. Du fait de ces deux orientations possibles, une raie spectrale se présente en fait sous la forme d'un multiplet de structure fine. Un exemple bien connu est celui du sodium. Le sodium possède un seul électron de valence. La transition de cet électron du premier niveau excité vers le niveau fondamental ($2p \rightarrow 1s$) conduit aux deux fameuses raies d'émission spectrales adjacentes⁵⁰, discernables avec un spectroscope de bonne résolution. Le dédoublement des raies spectrales dû au spin est observé pour tous les atomes. [GRE99]

Le couplage spin-orbite, toujours présent, augmente avec le numéro atomique de l'élément considéré. La différence d'énergie entre deux multiplets est typiquement de l'ordre de 10 à 100 meV (116 - 1160 K) pour les éléments du groupe du fer, et de 1 eV (11 600 K) pour les terres rares. Dans le cas du sodium mentionné précédemment, le calcul donne une différence d'énergie de 2,15 meV (25 K). [LAC00]

Il peut être noté que les noyaux atomiques portent, eux aussi, un moment magnétique du fait du spin $+\frac{1}{2}$ du neutron et du proton. Ce moment nucléaire est environ deux mille⁵¹ fois moins importants que celui des électrons. L'interaction entre le moment nucléaire et le moment électronique produit la *structure hyperfine* des spectres. Ainsi, même en l'absence de perturbation extérieure importante, une raie spectrale provenant d'un élément pur est, en fait, constituée d'un ensemble de raies plus fines. Cet effet est faible tant que l'intérêt se porte sur les propriétés statiques et quasi-statiques de la matière condensée à une température pas trop basse ; mais il s'agit de l'effet sur lequel repose la résonance magnétique nucléaire (RMN) et donc l'imagerie par résonance magnétique nucléaire (IRM). [GRE99] [LAC00]

A.1.6. Effet Zeeman

En 1896, Pieter Zeeman découvrit l'influence d'un champ magnétique extérieur sur les fréquences des raies spectrales émises par une source placée dans ce champ. Il fit sa découverte en plaçant une lampe à vapeur de sodium entre les pôles d'un électro-aimant, une expérience réalisée auparavant sans succès par Faraday, qui avait suggéré l'influence possible d'un champ magnétique sur la lumière émise par une source spectrale. De nombreuses observations suivirent cette découverte de Zeeman, mais il fallut attendre l'introduction de la notion de spin électronique par Uhlenbeck et Goudsmit en 1925 pour comprendre le phénomène [BIE06]. À titre informatif, Jose Carlos del Toro Iniesta retrace l'historique de la découverte et de la compréhension de cet effet avec les différents acteurs scientifiques de l'époque ainsi que son application à l'observation du Soleil. [INI96]

Tout électron présent dans un atome est traditionnellement décrit par quatre nombres dits *nombres quantiques* qui définissent son *état*. Le premier nombre, n , est appelé *nombre quantique principal* et est un entier naturel qui définit la couche (K, L, M, N, \dots) à laquelle appartient l'électron. Le deuxième nombre ou *nombre quantique azimutal*, ℓ , définit la sous-couche électronique (s, p, d, f)⁵² et quantifie le moment cinétique orbital \vec{L} de l'électron auquel il est lié. Les valeurs de ℓ possibles sont les entiers tels que $0 \leq \ell \leq n - 1$. Le troisième nombre, le *nombre quantique magnétique*, m_ℓ , désigne la position de l'électron dans la sous couche. Les valeurs de m_ℓ possibles sont les entiers tels que $-\ell \leq m_\ell \leq \ell$. L'ensemble de ces trois nombres (n, ℓ, m_ℓ) définit entièrement l'*orbitale* sur laquelle évolue l'électron. Enfin, le *nombre quantique*

⁵⁰ Il s'agit des raies D, dénommées ainsi en 1817 par Joseph von Fraunhofer, inventeur du spectroscope, dont les longueurs d'ondes sont 5895,923 Å (D1) et 5889,953 Å (D2) ; l'ordre de numérotation commence par le côté rouge du spectre. [INI96]

⁵¹ Il s'agit du rapport des masses du proton et de l'électron, égal à 1835,5 soit environ 2000.

⁵² s pour *sharp*, p pour *principal*, d pour *diffuse*, f pour *fundamental*,

de spin s , caractérise le moment cinétique \vec{S} de l'électron. Il ne peut prendre que deux valeurs, suivant son sens de rotation, $+\frac{1}{2}$ ou $-\frac{1}{2}$. Il quantifie le moment magnétique $\vec{\mu}_S$ de l'électron. La présence de deux électrons de spin opposé permet de remplir entièrement une orbitale.

Ces quatre nombres quantiques ne sont pas suffisants pour expliquer totalement l'effet Zeeman. Comme il a été vu dans le paragraphe précédent de manière informelle, le moment cinétique orbital \vec{L} dû à la rotation de l'électron autour du noyau se combine avec le spin \vec{S} . Le moment cinétique résultant $\vec{J} = \vec{L} + \vec{S}$ conduit à un nouveau nombre quantique, m_j , qui est le terme de couplage spin-orbite et qui correspond aux valeurs possibles de $j = \ell + s$. Ces valeurs de m_j possibles sont $-(\ell + s) \leq m_j \leq \ell + s$. Il y a donc $2j + 1$ valeurs possibles, et l'électron est alors défini par cinq nombres quantiques.

À un état atomique donné, correspond une énergie et une seule, que le système soit placé ou non dans un champ extérieur, mais plusieurs états peuvent avoir la même énergie : il y a dégénérescence. Sous l'action d'un champ magnétique extérieur, la dégénérescence est levée, c'est-à-dire que chaque état est associé à une énergie différente, repérée par la valeur de m_j . Un niveau caractérisé par cette valeur, est dégénéré $2j + 1$ fois. Ainsi, lors de la levée de dégénérescence, le niveau se scindera en $2j + 1$ niveaux, ce qui laisse apparaître la structure fine de l'atome. La quantité de ces niveaux dépend du spin total de l'atome ou de l'ion considéré par l'intermédiaire de s puisque $j = \ell + s$.

Lorsque s est nul, c'est-à-dire que la prise en compte de l'effet du couplage spin-orbite n'intervient pas, car dans ce cas $j = \ell$, l'effet qui est observé est l'effet Zeeman dit *normal*.

La théorie, qui ne prend en compte que l'effet du moment cinétique orbital de l'électron pour expliquer la multiplication des niveaux, a permis d'expliquer un certain nombre d'observations quant à la multiplication des raies. Cependant, pour un grand nombre d'observation, cette théorie était incapable de prédire la bonne quantité de raie. En fait, elle était plus souvent mise en défaut qu'elle n'était vérifiée. Ce n'est qu'en prenant en compte l'effet du spin, et donc du couplage spin-orbite pour les systèmes où s est non nul que la théorie a permis d'expliquer les observations. Dans le cas général, pour lequel s n'est pas nul, l'effet Zeeman est dit *anomal*⁵³. Ainsi, l'effet Zeeman normal n'est qu'un cas particulier de cet effet de dédoublement de raies.

Il se comprend alors bien que l'observation du doublet des états d'énergie des niveaux s , dont le moment cinétique orbital est, par définition, nul ($\ell = 0$), est la preuve de l'existence du spin : c'est l'expérience de Stern et Gerlach. [GRE99]

Pour permettre d'expliquer le phénomène de manière plus classique, il est peut-être nécessaire de préciser quelques notions.

Lorsqu'un électron tourne autour d'un noyau atomique, il possède un moment cinétique dit *moment cinétique orbitale* \vec{L} . L'idée (fausse) de la rotation de l'électron sur lui-même se caractérise aussi par un moment cinétique : le *moment cinétique intrinsèque*, ou spin, \vec{S} . Puisque l'électron est une particule chargée, ces deux moments cinétiques induisent la formation de deux moments magnétiques : le moment magnétique orbital $\vec{\mu}_L$ et le moment magnétique de spin $\vec{\mu}_S$ définis par :

$$\vec{\mu}_L = -\frac{e}{2m_e}\vec{L} \quad (\text{A.73})$$

$$\vec{\mu}_S = -g\frac{e}{2m_e}\vec{S} \quad (\text{A.74})$$

⁵³ Issu du grec ancien ἀνώμαλος, *anomalos* signifiant irrégulier. Toutefois, il est souvent trouvé « anormal » dans la littérature.

Avec e la charge de l'électron (prise ici positive), m_e la masse de l'électron et g le facteur de Landé. Pour l'électron, ce facteur est sensiblement égal à -2.

Ces deux moments magnétiques interagissent et créent un autre moment magnétique : le moment magnétique total $\vec{\mu}$. C'est le couplage spin-orbite. Il est alors défini le moment cinétique total \vec{J} comme la somme vectorielle du moment cinétique orbital et du moment cinétique de spin. Le moment magnétique total est alors la somme vectorielle du moment magnétique orbital et de celui de spin. En utilisant (A.73) et (A.74), il vient alors :

$$\vec{J} = \vec{L} + \vec{S} \quad (\text{A.75})$$

$$\vec{\mu} = \vec{\mu}_L + \vec{\mu}_S = -\frac{e}{2m_e} (\vec{L} + 2\vec{S}) \quad (\text{A.76})$$

Dans le cas général, le moment magnétique total n'est pas parallèle au moment cinétique total. La Figure A.6 (a) permet de mettre en évidence que \vec{L} et \vec{S} précessent autour de \vec{J} , ainsi que le fait $\vec{\mu}$. [TEL13]

En supposant que le champ magnétique constant soit appliqué, pour obtenir un effet Zeeman, selon la direction \vec{z} , comme représenté sur la Figure A.6 (b), alors \vec{J} précesse autour de \vec{z} tandis que $\vec{\mu}$ effectue une nutation autour de cet axe. Cette précession de \vec{J} autour de \vec{B} , s'appelle *précession de Larmor*.

Le champ magnétique qui règne au sein d'un atome d'hydrogène est de l'ordre du Tesla. Si l'intensité B du champ magnétique appliqué est inférieure à cette valeur, ce qui est généralement le cas, alors la précession de Larmor est plus lente que la précession de $\vec{\mu}$ autour de \vec{J} . Cette fréquence de précession ν_{Larmor} , qui est proportionnelle au champ appliqué, s'exprime :

$$\nu_{Larmor} = \frac{e}{4\pi} \frac{g B}{m_e} \quad (\text{A.77})$$

Pour illustrer l'*effet Zeeman normal*, la transition rouge à 6438 Å de l'atome de cadmium (Cd : [Kr] 5s² 4d¹⁰) correspondant au passage d'un atome 4d sur 5p (ou inversement) est considéré. L'exemple est représenté par la Figure A.7 et la Figure A.8.

Pour cet atome, le spin total est nul ($s = 0$) puisque tous les électrons sont appariés. Ainsi, le niveau 4d, pour lequel $\ell = 2$, se scindera en cinq niveaux d'énergie sous l'action d'un champ magnétique, puisque $2j + 1 = 2(2 + 0) + 1 = 5$. Le niveau 5p se scindera, lui, en trois niveaux car $\ell = 1$. La mécanique quantique montre que les transitions radiatives possibles sont telles que $\Delta m_j = 0, \pm 1$, et $\Delta \ell = \pm 1$. Ces conditions constituent les *règles de sélection*. Ainsi, neuf sauts différents peuvent être emprunté par à un électron présent sur la couche 4d pour atteindre la couche 5p. Or, l'intervalle d'énergie qui sépare les sous niveaux Zeeman a la même valeur quel que soit le niveau considéré, et donc certaines transitions apparemment distinctes, correspondent à la même différence d'énergie et donc à une seule et même raie. C'est le cas de toutes les transitions ayant le même Δm_j . Au final, ces neuf transitions possibles ne correspondent qu'à trois énergies différentes, donc trois raies distinctes.

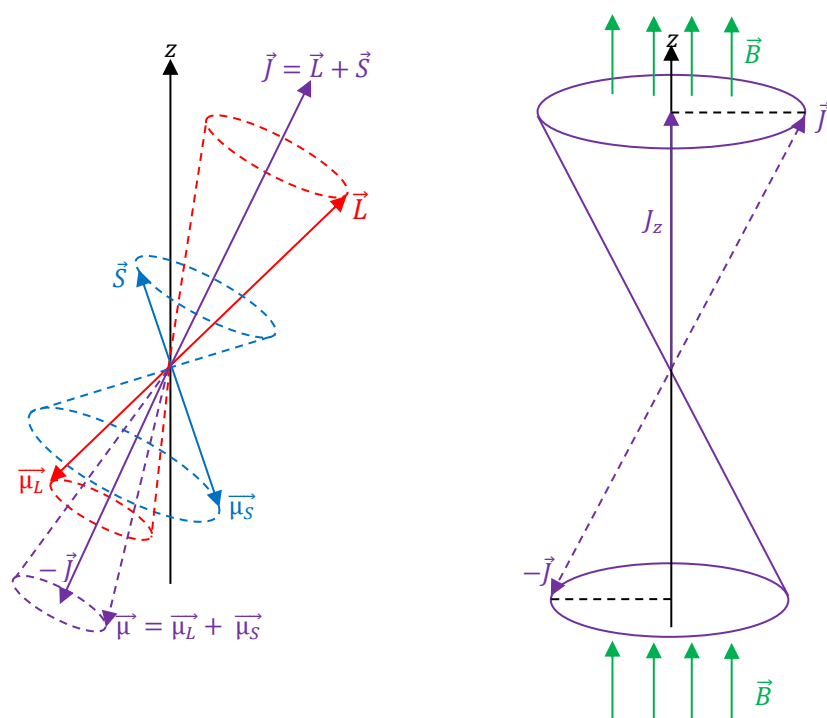


Figure A.6 – Représentation géométrique de l'effet Zeeman pour un spin $-1/2$. (a) le moment magnétique total $\vec{\mu}$ précède autour du moment cinétique total \vec{J} , (b) \vec{J} précède plus lentement autour du champ magnétique. Reproduit d'après [TEL13]

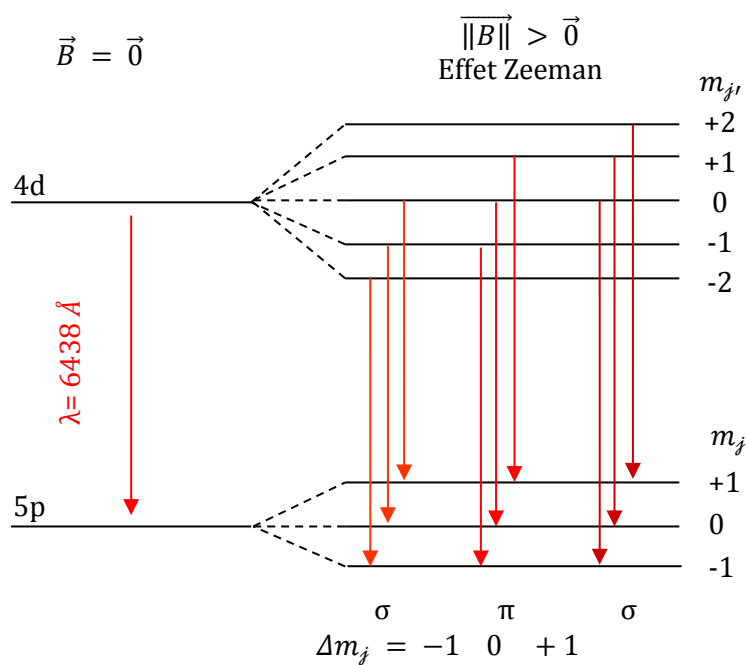


Figure A.7 – Effet Zeeman sur la transition $4d \rightarrow 5p$ de la raie rouge du Cadmium à 6438 \AA .

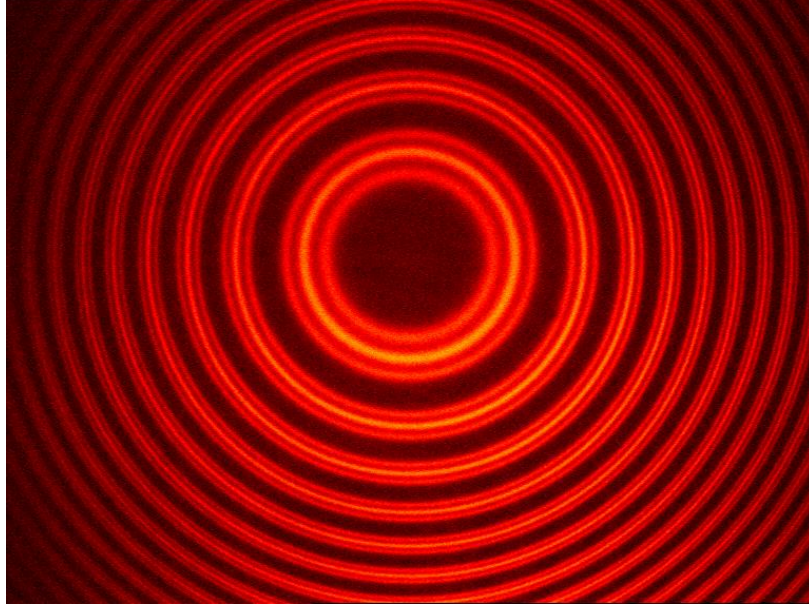


Figure A.8 – Effet Zeeman sur les anneaux d'égale inclinaison de la raie rouge du Cadmium à 6438 Å sous un champ de 280 mT, après passage dans un interféromètre de Fabry-Pérot. [MOU11]

Outre l'effet de doublement de raie, Zeeman observe qu'il y a une polarisation de l'onde électromagnétique émise.

Une transition $\Delta m_j = 0$ est dite transition π . Elle est polarisée rectilignement, parallèlement au champ magnétique appliqué. Elle n'apparaît pas lors d'une observation dans la direction du champ. La composante π n'est pas décalée par rapport à la position initiale de la raie sans champ. Les transitions $\Delta m_j = \pm 1$ sont dites transitions σ (σ^+ ou σ^-). Pour une direction d'observation quelconque, la polarisation est elliptique. Elle apparaît circulaire, droite ou gauche suivant le signe de Δm_j , lors de l'observation dans la direction du champ, et rectiligne dans une direction perpendiculaire. [MOU11]

Pour une transition radiative sous champ entre les niveaux E et E', les raies σ sont décalées en fréquence, par rapport à une raie unique sans champ, d'une quantité $\Delta\nu$, exprimée en hertz, selon l'équation suivante :

$$\Delta\nu_{\pi \rightarrow \sigma} = \pm \frac{e}{4\pi m_e} B (g_{J'} m_{J'} - g_J m_J) \sim 1,4 \cdot 10^{10} B \quad (\text{A.78})$$

avec e la charge élémentaire, m_e la masse de l'électron, B l'intensité du champ magnétique en tesla et g_J le facteur de Landé :

$$g_J = \frac{3}{2} + \frac{s(s+1) - \ell(\ell+1)}{2j(j+1)} \quad (\text{A.79})$$

Pour l'exemple traité du cadmium, où $g_{J'} = g_J = 1$, $m_J = 1$, $m_{J'} = 2$, le décalage sous un champ de 1 T de la radiation à 465,7 THz (6438 Å) est de 14 GHz (0,2 Å) ce qui est très faible pour un champ non négligeable. Pour le cas de la Figure A.8, le champ est quatre fois plus faible, donc l'écartement aussi, soit 0,05 Å. Cela justifie l'utilisation d'un interféromètre de Fabry-Pérot pour l'observation des trois raies de manière distincte. [MOU11] [GRE99] Il est intéressant de remarquer que le décalage Zeeman correspond à une différence de fréquence de Larmor entre les deux états électroniques, pondérée par le nombre quantique de couplage spin-orbite. Pour la même radiation, le champ magnétique terrestre, d'environ $5 \cdot 10^{-5}$ T, engendre un décalage de 700 kHz soit, en longueur d'onde, un décalage de l'ordre du femtomètre. C'est extrêmement faible mais, pour autant, l'effet existe bien.

L'effet Zeeman est aujourd'hui un outil puissant d'analyse des spectres optiques et comme méthode de détection de champ magnétique par l'observation de raies dans les domaines micrométrique et radioélectrique. Un ralentisseur Zeeman autorise une plus grande efficacité du refroidissement par effet Doppler-Fizeau, en faisant appel à un piège magnéto-optique ainsi qu'à la sous structure des niveaux d'énergie. Un champ magnétique inhomogène décale légèrement les niveaux d'énergie, en fonction de la position des atomes, de façon à ce que ces niveaux restent en résonance avec la fréquence laser. L'effet est aussi utilisé en astrophysique pour mesurer les champs magnétiques stellaires.

Pour des champs faibles, l'effet de décalage des raies est linéaire avec le champ, comme le montre l'équation (A.78). Pour des champs importants, l'effet cesse d'être linéaire. Pour des champs très intenses, tels que l'intensité est comparable à celle du champ interne de l'atome, le couplage spin-orbite est perturbé et les raies spectrales se réarrangent. C'est l'effet Paschen-Back, nommé d'après les physiciens allemands Friedrich Paschen et Ernst Back.

Dans ce cas, les moments \vec{L} et \vec{S} interagissent plus fortement avec le champ extérieur appliqué, qu'entre eux. En d'autres termes, l'effet de couplage n'intervient quasiment plus et le spectre de raie peut être défini par l'effet Zeeman normal. En général, du fait du couplage spin-orbite résiduel, les raies forment plutôt des groupes de raies.

Ainsi, en considérant que le couplage spin-orbite engendre un doublement des raies et que l'effet Zeeman engendre aussi un doublement des raies, il apparaît quelque chose d'amusant : l'effet Zeeman produit, en fait, un *doublement de doublement* de raies, comme tente de l'expliquer la Figure A.9 en montrant que la raie double du sodium devient un *decuplet*. Si en outre, il y a ajout d'un champ électrique, appliqué extérieurement ou crée par un ion à proximité de l'atome émetteur, il y a alors un *doublement de doublement de doublement* des raies, car les raies Stark sont différentes des raies Zeeman. Évidemment, afin de pouvoir distinguer toutes ces raies, il est nécessaire d'avoir un spectroscopie de très bonne résolution. Dans le cas général, ces raies ne sont pas différenciables. En outre ces effets électromagnétiques dépendent de l'intensité des différents champs, et si ceux-ci ne sont pas très importants, la différenciation des raies est très difficile, et l'effet global qui apparaît alors est un *simple* élargissement.

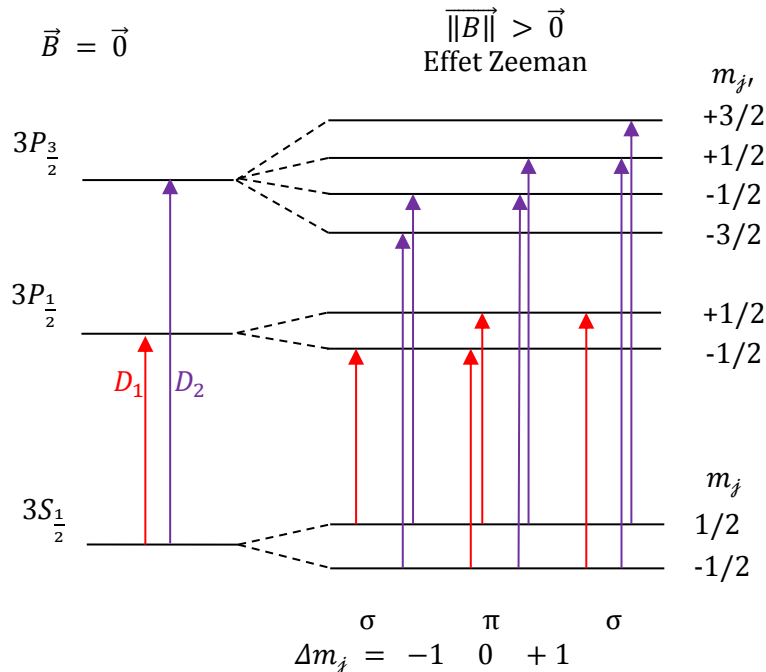


Figure A.9 – Effet Zeeman sur les des deux raies D du sodium. La séparation du niveau P en deux sous niveaux $P_{1/2}$ et $P_{3/2}$ provient du couplage spin-orbite. Le diagramme n'est pas à l'échelle. Adapté de [PAR98].

Si un champ magnétique périodique, dont la fréquence est proche de la fréquence de Larmor, est ajouté au système subissant l'effet Zeeman, le mouvement de l'électron non apparié est encore plus perturbé : ce dernier entre en résonnance. C'est la *résonnance de spin électronique* ou *résonnance paramagnétique électronique*. Lorsque l'objet étudié n'est plus un électron non apparié mais un noyau atomique qui possède un spin, comme le proton de l'hydrogène ^1H , le phénomène de résonnance s'appelle *résonnance magnétique nucléaire*.

A.1.7. Isotopes

Le dernier effet qui sera un peu commenté, et qui influence les spectres, est celui de la composition isotopique. Si cet effet a déjà été abordé dans le paragraphe sur l'effet Doppler-Fizeau, il s'agit ici d'une intervention différente. Du fait de la masse et de la taille différente du noyau, les niveaux d'énergies sont alors aussi légèrement différents, pour un même élément. Les raies sont donc placées à des fréquences différentes. Dans ce cas il, s'agit tout de même moins d'un effet d'élargissement que d'un décalage de la raie.

Encore une fois, cet effet est différent de celui décrit dans le paragraphe sur l'effet Doppler-Fizeau puisqu'il ne s'exprime pas au même niveau. Pour reprendre l'exemple sur le CO_2 avec ses compositions isotopiques, les molécules $^{13}\text{C}^{16}\text{O}_2$ et $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{17}\text{O}$ ont la même masse, avec toutes deux un neutron en plus par rapport à $^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$. Ainsi, ces deux molécules n'ont pas d'influence individuelle sur l'effet Doppler-Fizeau et, dans ce cas, leur contribution n'est pas différenciable. En revanche chacune des ces deux molécules présentent une nouveauté, par rapport à la molécule traditionnelle $^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$, au niveau énergétique, puisque les niveaux d'énergie de ^{13}C et ^{17}O sont différents des niveaux d'énergie de ^{12}C et de ^{16}O .

Ainsi, comme l'effet de collision, l'effet isotopique peut agir à plusieurs niveaux et contribuer à différents élargissements.

En considérant que, dans un laser, l'émission stimulée de photon ne produit que des photons de même fréquence, alors l'élargissement quantique n'intervient qu'au niveau de la détermination numérique de l'énergie, et ne peut donc être imputable à la source laser. En revanche, toute source laser est, au moins soumise à l'agitation thermique, donc à l'élargissement par collision et à l'élargissement Doppler, et donc les photons issus de l'émission stimulée n'auront pas tous la même fréquence ou en tout cas, ne seront pas tous perçus à la même fréquence. Les isotopes d'un même atome participeront à introduire d'autre fréquence dans le spectre. En outre, il n'est absolument pas assuré qu'au sein de la matière émettrice, le champ électrique qui règne soit rigoureusement nul partout et tout le temps... Enfin, la Terre est soumise au champ magnétique qu'elle engendre et par là même produit une modification du spectre théorique à fréquence unique. Les élargissements ne s'appliquent donc, non plus à une raie unique, mais à un certain nombre de raies très voisines.

A.2. DIFFUSION D'UN PHOTON PAR UN SYSTÈME PARTICULAIRE

Différentes dénominations sont utilisées pour désigner la diffusion d'un photon par un atome ou une molécule suivant l'énergie du photon incident et le caractère élastique ou inélastique de la diffusion.

Pour les paragraphes qui suivent, les qualifications de basses et hautes énergies sont repérées par l'énergie d'ionisation d'un atome. Si l'énergie est suffisamment importante pour induire des transitions électroniques, voire ioniser l'atome, alors elle est qualifiée de haute énergie. La limite dépend de l'atome considéré, mais de manière générale, un rayonnement de 10 eV peut, typiquement, être vu comme un rayonnement de haute énergie. Cette énergie correspond à une longueur d'onde d'un peu moins de 100 nm, qui se trouve dans les UV lointains. Ainsi, la diffusion à basse énergie ne concerne que les micro-ondes, les IR, le visible et les UV proches ; la diffusion à haute énergie ne concerne que les UV lointains, les rayons X mous et durs ainsi que les rayons γ .

A.2.1. Diffusion élastique à basse énergie : Rayleigh et Mie

La diffusion Rayleigh, du nom du physicien anglais John W. S. Rayleigh qui l'a mise en équation en 1871⁵⁴, apparaît lorsque l'énergie du photon incident est très petite devant les énergies de transition de la particule qu'il rencontre (atomes, molécule, poussière, etc.). Le fait que la diffusion soit qualifiée d'élastique signifie que la totalité de l'énergie qui arrive à cette particule est renvoyée. En outre la diffusion Rayleigh n'est valable que dans le cas où la taille de la particule diffusante est très inférieure à la longueur d'onde : le rapport doit être au minimum inférieur au dixième. Pour un rayonnement visible, chacun des atomes ou des petites molécules se comportent comme un petit oscillateur dont le nuage électronique est forcé à vibrer par un photon incident, tout en restant dans l'état fondamental. Cette vibration du nuage est induite par le champ électrique du photon. En toute rigueur, le noyau vibre aussi. Pour soulager les calculs, l'approximation de Born-Oppenheimer est utilisée : du fait de sa masse bien plus imposante que celle des électrons, le mouvement du noyau est bien plus lent. Ce dernier est alors considéré comme étant fixe. Dès que l'atome a été mis en oscillation, le barycentre des charges négatives oscille par rapport au noyau. Le dipôle électrostatique alors crée rayonne. Un photon est absorbé et un photon, de même fréquence, est émis. La diffusion se produit de manière plus ou moins aléatoire et l'énergie est réémise dans toutes les directions. [HEC03] [COH01]

La solution de Mie⁵⁵ ou théorie de Lorenz-Mie⁵⁶ fournit une solution exacte à la diffusion de la lumière sous forme d'ondes planes par des particules sphériques de taille quelconque : la diffusion Rayleigh se présente alors comme un cas limite de cette dernière théorie.

La solution de Mie consiste en une somme infinie, mais convergente, de fonctions de Bessel et de fonctions de Hankel. Si d'autres auteurs avaient déjà abouti à cette solution mathématique, Mie développa des relations de récurrence simples pour le calcul et indiqua qu'elles seraient pratiques à utiliser pour le calcul numérique. Il montra l'efficacité de sa théorie à l'aide d'observations effectuées par l'un de ses doctorants avec une solution colloïdale de fine particules d'or. Dans ce cas, qui relevait du mode de « diffusion Rayleigh », seul le calcul

⁵⁴ Cet effet de diffusion ne fut pas découvert par Lord Rayleigh, mais par le scientifique irlandais John Tyndall qui, le premier, expliqua, la couleur bleue du ciel en 1859. S'il est parfois question d'*effet Tyndall*, il est beaucoup plus courant de parler d'effet ou de *diffusion Rayleigh* ; celui-ci mit le phénomène en équation en 1871, l'année de son mariage [MIL03].

⁵⁵ Nommée ainsi d'après le physicien allemand, au patronyme français [HOR09], Gustav Adolf Feodor Wilhelm Ludwig Mie qui développa sa théorie de la diffusion de la lumière. Il publia, en 1908, dans les annales de physique, sa méthode de calcul de diffraction de la lumière par des particules sphériques dans l'article *Beiträge zur Optik trüber Medien, speziell kolloidaler Metallösungen* (Contribution à l'optique des milieux opaques, notamment des solutions métalliques colloïdales)[MIE08].

⁵⁶ Nommée ainsi en hommage aux contributions du physicien danois Ludvig Lorenz. Ce dernier développa une théorie de la diffusion de la lumière qu'il ne publia qu'en danois, en 1890. Plus tard, en 1908, Gustav Mie redécouvrit, de manière indépendante, cette théorie.

(manuel !) des trois premiers termes de la somme était nécessaire. Pour ce faire, il utilisa les valeurs du coefficient de réflexion et de transmission de l'or massif, qu'il appliqua à ses nanoparticules. Par chance, pour des particules supérieures à 20 nm, et plus précisément concentrées entre 40 nm et 180 nm et pour les longueurs d'ondes visibles (450 nm- 700 nm), ces valeurs convenaient suffisamment. En utilisant les trois premiers termes de la somme, Mie calcula le spectre de la lumière diffusée. Pour les particules de 20 nm à 140 nm, presque indépendamment de la taille, la lumière diffusée était verte ou jaune ; la plus grande partie de la diffusion étant assurée par les particules de tailles comprises entre 100 nm et 140 nm. Lorsque la taille des particules était comprise entre 140 nm à 180 nm, la lumière la plus diffusée était orange voire rouge. Ces résultats théoriques sont en accord avec les observations expérimentales. Pour le calcul des particules inférieures à 20 nm, il aurait fallu prendre en compte notamment le phénomène des plasmons de surface, qui n'étaient pas connus à l'époque. [HOR09]

Les calculs étaient bien trop pénibles pour étudier les solutions relevant de l'interaction de la lumière avec des particules de taille supérieure à la longueur d'onde. Mie mentionna aussi le « problème de l'arc-en-ciel » dû aux nombreuses ondes partielles qu'il était impossible de calculer en ce temps. Mie avait aussi réalisé que la prise en compte de particules sphérique était une simplification trop importante, et qu'elles devaient être considérées comme ellipsoïdales. Il ne poursuivit pas ses recherches dans cette direction, probablement du fait de la lourdeur des calculs qu'il devait faire à la main. Il fallut plus de 60 ans pour résoudre numériquement le problème de la diffusion par des particules sphéroïdales. Avec l'avènement d'ordinateurs plus puissants, il est désormais possible de déterminer la diffusion et l'absorption de la lumière par des particules de forme arbitraire. [HOR09]

Mie montre que dans le cas de la diffusion selon le mode de Rayleigh, le coefficient de diffusion, en m^{-1} , s'écrit pour N particules par unité de volume :

$$N \frac{24 \pi^3}{\lambda^4} V^2 \left(\frac{m^2 - 1}{m^2 + 2} \right)^2 \quad (A.80)$$

Avec λ la longueur d'onde de la lumière incidente, V le volume de la particule et m l'indice de réfraction complexe du matériau diffusant, écrit selon la convention $m = n - i\kappa$. [HOR09]

Pour un matériau transparent dans le visible, tel que l'air ou le verre, l'indice de réfraction est considéré comme réel et unitaire quelle que soit la longueur d'onde entre 400 nm et 700 nm. Ainsi l'intensité du champ électromagnétique diffusée est inversement proportionnel à λ^4 : la diffusion est donc très forte dans les plus faibles longueurs d'ondes (bleu-violet dans le visible). L'évolution avec le carré du volume implique que, pour une particule sphérique, l'intensité diffusée est proportionnelle avec la puissance sixième du rayon ou du diamètre. Les particules diffusent d'autant plus qu'elles sont grosses, tout en restant inférieures à $\lambda/10$. Le mode de diffusion de Rayleigh implique une certaine symétrie sur l'intensité diffusée entre l'avant et l'arrière de la particule diffusante.

La diffusion par de grosses particules est prédominante vers l'avant de l'objet diffusant, et l'intensité du champ électromagnétique diffusé est inversement proportionnel à λ . [SP008] [MER04]

La Figure A.10 permet d'observer la diffusion d'un rayonnement suivant la taille de la particule diffusante c'est-à-dire suivant le mode de diffusion : Rayleigh, intermédiaire, Mie.

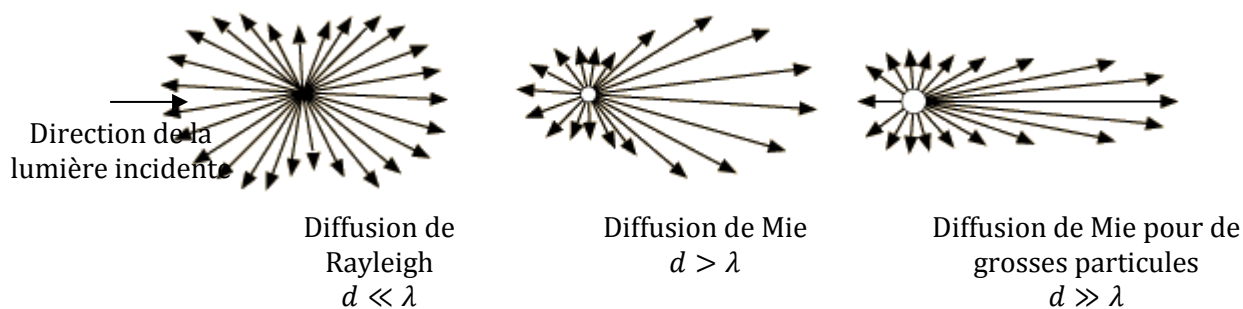


Figure A.10 - Diffusion d'un rayonnement incident de longueur d'onde λ par une particule de diamètre d . La taille des vecteurs issus de la particule indique, par direction, l'intensité du rayonnement diffusé. Repris de [NAV13]

De manière pratique, ces deux types de diffusion permettent d'expliquer l'observation des couleurs célestes. Historiquement, Tyndall et Rayleigh pensaient que la couleur bleue du ciel était due aux petites particules de poussière et aux gouttelettes d'eau présente dans l'atmosphère. Cela est en fait incorrect. Pour un ciel *pur*, les corps diffusants sont principalement les molécules N_2 et O_2 , qui ne présente que très peu de transition électronique dans le visible et dont la taille caractéristique est de l'ordre de l'angström : la théorie de la diffusion de Rayleigh est applicable. La dépendance très forte de l'intensité diffusé en fonction de la longueur d'onde, en λ^{-4} explique que les longueurs d'onde les plus diffusées sont celles du violet. Celles-ci sont diffusées environ dix fois plus que celles du rouge. Le ciel devrait donc être vu violet. C'est du fait de la très faible sensibilité de l'œil humain au violet que le ciel est perçu bleu. Si ce phénomène de diffusion n'existait pas, le ciel terrestre serait noir, comme le ciel sélénien [SPO08][MIL03][BIE08]. La diffusion Rayleigh permet aussi d'expliquer les couleurs du coucher de soleil. L'épaisseur d'atmosphère que parcourt la lumière est plus importante. La diffusion est donc plus prononcée, la composante bleue plus diffusée et la composante qui parvient à nos yeux est rouge.

Les nourrissons ont presque tous les yeux bleus car les pigments bruns qui colorent généralement l'iris et masquent la diffusion ne se forment que vers huit mois, ... et parfois jamais. En outre, le bleu de certains plumages (geais, cf Figure A.11), le bleu de certaines peaux (lézards, postérieur des babouins) sont tous colorés par diffusion Rayleigh [HEC03][MIL03]. Toutefois, toute coloration bleue présente dans la nature n'est pas systématiquement le fruit de l'effet Tyndall.



Figure A.11 – Photographies d'un geai des chênes qui s'était égaré plusieurs jours au Centre des matériaux en juin 2013, illustrant l'effet Tyndall à la base de ses rectrices et sur ses rémiges polliciales.

Lorsque l'atmosphère est *polluée*, elle présente des petites particules de poussières, aérosols, fumée, pollen, dont la taille est de l'ordre de grandeur de la longueur d'onde, voire supérieure. Cette fois-ci, la théorie de Rayleigh ne s'applique plus : il faut utiliser celle de Mie. Celle-ci affirme que l'intensité diffusée est proportionnelle à λ^{-1} , voire indépendante de la longueur d'onde si les particules sont de taille supérieure à la longueur d'onde d'au moins un facteur 10. Ainsi, la diffusion est sensiblement la même pour le bleu ou le rouge. Le spectre blanc du soleil est dispersé de manière presque égale pour toutes les longueurs d'ondes, ce qui aboutit à un ciel blanc, ou gris, d'autant plus marqué que l'observation se fait dans la direction de propagation du faisceau incident, c'est-à-dire que le regard se porte vers le soleil.

Au niveau des nuages, c'est le même scénario avec les gouttelettes d'eau. Celles-ci diffusent toutes les longueurs d'ondes de la même façon et les nuages apparaissent donc blancs. À mesure qu'ils grossissent et que leur densité croît, la part d'absorption de la lumière augmente ; ils deviennent gris foncés voir noirs.

La lumière laser a la particularité de présenter des photons qui se propagent tous dans une même direction unique : il n'y a qu'une faible dispersion en sortie de la lentille. Ainsi, toute observation de la couleur du faisceau, si la longueur d'onde est dans le domaine du visible, ne peut se faire que dans l'axe de propagation des photons, en regardant vers la source ou en interrompant le faisceau en plaçant un écran sur le trajet. Il est aussi possible de détourner certains photons de leur direction afin d'observer la position du faisceau laser. Lors de la vaporisation de gouttelettes d'eau ou de poudre de craie au niveau du passage du laser, les particules ajoutées vont diffuser la lumière laser (diffusion de Mie) ce qui permet d'apercevoir la largeur du faisceau. Parfois, les atomes de l'atmosphère sont suffisants pour dérouter les photons (diffusion Rayleigh). Dans les deux cas, l'intensité du laser est diminuée, bien que très faiblement, puisque l'énergie a été déportée dans une autre direction.

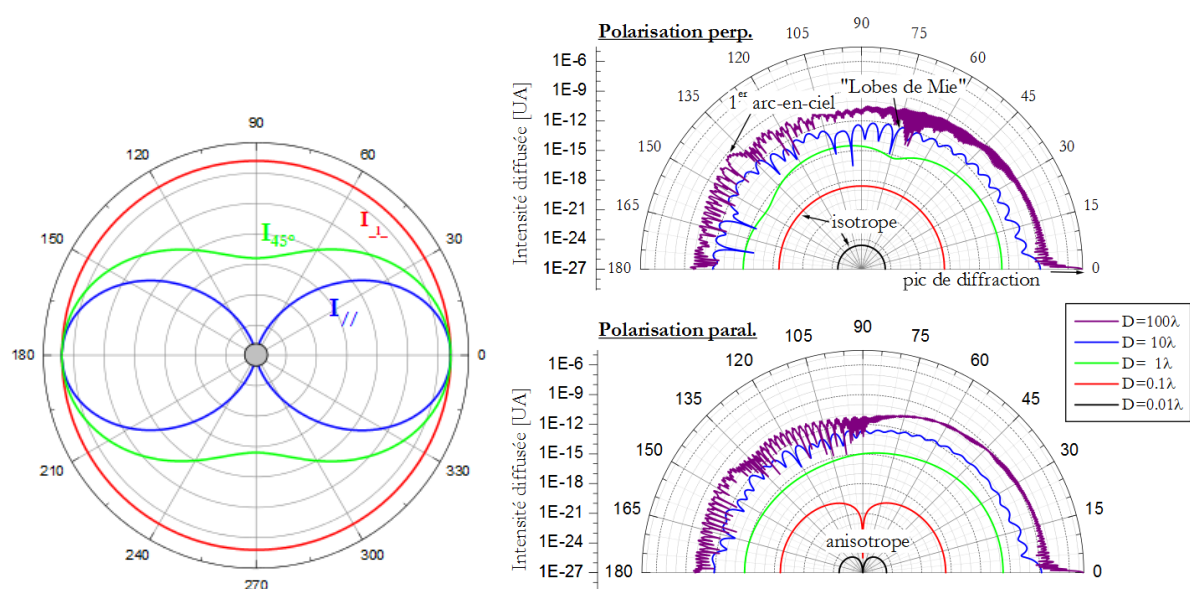


Figure A.12 : Représentations polaires de l'intensité de la diffusion de la lumière par des particules isolées. Les graphes sont représentés pour un faisceau lumineux arrivant par la gauche selon une incidente horizontale. (a) Intensité diffusée correspondant au mode de diffusion de Rayleigh. (b) Intensité diffusée correspondant à n'importe quel mode de diffusion (solution de Mie), incluant le mode de Rayleigh. Il peut être noté sur ces représentations polaires : l'influence de la polarisation de la lumière incidente, la polarisation partielle de la lumière à l'issue de la diffusion ainsi que l'influence de la taille de la particule sur l'intensité de la diffusion. Reproduit depuis [ON008]

Quelques mots, enfin, sur l'effet de la polarisation de la lumière. La Figure A.12 donne une description plus précise de la diffusion sphérique de la lumière que la Figure A.10 tout en

présentant l'effet de la polarisation. Pour la diffusion de Rayleigh la polarisation p est en fait diffusée de manière isotrope. En revanche pour la polarisation s , la diffusion normale à la direction d'incidence de la lumière est nulle. Il y a donc une polarisation totale de la lumière dans cette direction. Lorsque la lumière est polarisée aléatoirement, les deux composantes s et p sont pondérées de la même façon ce qui aboutit au profil moyen observé sur la [Figure A.10](#).

Pour des particules plus grosses, dans le cadre de la théorie de Mie, les profils de diffusion évoluent de manière différente avec la polarisation. L'effet de la polarisation apparaît surtout pour des particules dont la taille est inférieure à la longueur d'onde, et pour certains angles comme celui du premier arc-en-ciel. Il est aussi observé une variation importante des profils en fonction de la taille des particules. Il s'agit non seulement de l'aspect de la courbe polaire mais aussi de l'ordre de grandeur de l'intensité diffusée. En effet, suivant la taille de la particule, l'intensité de la diffusion s'étale sur 24 ordres de grandeurs ! L'intensité la plus importante se situant « vers l'avant », c'est-à-dire dans le prolongement de la direction du faisceau incident (0°). C'est sur la base de ces profils que fonctionnent la granulométrie laser qui permet de remonter à la taille des particules diffusantes. Il est peut-être nécessaire d'insister sur le fait que les solutions de Mie (et la théorie de Rayleigh) ne s'appliquent que pour des particules dispersées, c'est-à-dire qu'elles peuvent être considérées comme isolées les unes des autres. Ainsi, la diffusion des autres particules environnantes n'interfèrent pas (constructivement ou destructivement) avec la diffusion de la particule étudiée. [\[ON08\]](#)

A.2.2. Diffusion inélastique à basse énergie : Râman et Brillouin

Dans le cas de ces diffusions, l'énergie du photon incident est toujours supposée petite devant l'énergie nécessaire à une transition électronique d'un atome. Cependant, l'état final E_f du système atomique est maintenant différent de l'état initial E_i . La diffusion s'accompagne d'un changement de fréquence entre les photons incidents et les photons réémis, qui est égale à $h|E_f - E_i|$. En général, les niveaux d'énergie concernés sont des niveaux de vibration ou de rotation différents d'une molécule ou d'un solide.

Dès 1914, le physicien franco-américain Léon Brillouin prédit, dans le cadre d'une théorie classique, qu'un faisceau de lumière en transit dans un cristal devrait être modulé par les vibrations du milieu. Mandelstam arriva à des conclusions similaires en suivant cependant un cheminement différent. [\[BIE08\]\[BR14\]](#) Râman développa cette idée dans les liquides.⁵⁷

Il a été vu dans le paragraphe sur l'élargissement de raies spectrales par effet Doppler-Fizeau, que les solides cristallisés, qu'ils soient constitués d'atomes neutres, d'ions ou d'atomes entourés d'un gaz d'électrons, présentent en leur sein des phonons, représentatifs de l'agitation du système. En fait, les phonons peuvent être classés en deux catégories : les phonons optiques et les phonons acoustiques. Pour schématiser grossièrement, l'agitation à basse fréquence est le fruit des phonons acoustiques, et l'agitation à haute fréquence est le fruit des phonons optiques⁵⁸. La diffusion Brillouin est très semblable à la diffusion Râman dans le principe

⁵⁷ Jusqu'alors, la diffusion inélastique des photons n'avait été observée que pour ceux de grande énergie, notamment par Arthur H. Compton qui reçut pour cela le prix Nobel en 1927. Suite à cet événement, le physicien indien, Chandrashekhara V. Râman, se demande si les observations qu'il a faites sur la diffusion de la lumière par des liquides ne pourraient pas s'expliquer par un phénomène inélastique, c'est-à-dire qu'il s'agirait d'une transposition optique de l'effet Compton. Partant de cette analogie, il observe, avec ses collaborateurs, le premier spectre Râman le 28 février 1928.

En parallèle, et de manière indépendante, le physicien soviétique Leonid I. Mandelstam et le physicien russe Grigory Landsbeg entreprirent une série d'expérience sur la diffusion de la lumière dans les cristaux, et c'est ainsi qu'ils mirent en évidence un phénomène de diffusion non linéaire : la diffusion Râman, le 21 février 1928, soit une semaine avant Râman et son équipe. Pourtant, c'est le nom de Râman qui est resté associé à cet effet...

⁵⁸ En considérant un cristal avec deux éléments par maille, le mode acoustique fait vibrer tous les atomes d'une même maille en phase, alors que le mode optique fait vibrer ces atomes en opposition de phase.

physique. La diffusion est appelée *diffusion Brillouin* lorsque le phonon, absorbé ou émis, est acoustique, et *diffusion Râman* lorsque le phonon est optique. [ASH02]

La distinction entre les deux types de phonon se fait par le vecteur d'onde. La différence entre les deux spectroscopies est liée au rôle du vecteur d'onde des modes sondés. Pour la spectroscopie Brillouin, il est possible d'imposer le nombre d'onde. Il est donc possible d'étudier les variations de fréquence en fonction du vecteur d'onde et d'évaluer ainsi des paramètres tels que les constantes élastiques, ou magnétiques, du matériau. La spectroscopie Brillouin intervient lorsque le décalage de fréquence est dans la gamme 1-100 GHz, c'est-à-dire que le décalage en nombre d'onde évolue de $0,03 \text{ cm}^{-1}$ à 4 cm^{-1} . La spectroscopie Râman concerne des déplacements typiquement supérieurs à 300 GHz soit 10 cm^{-1} .

Dans le cas de la diffusion Râman si le photon émis est d'énergie inférieure au photon incident, il s'agit de la diffusion par effet Stokes⁵⁹ qui conduit à un *décalage Stokes*. Si, au contraire, le photon voit son énergie augmenter, il s'agit alors de l'effet anti-Stokes⁶⁰ qui aboutit au *décalage anti-Stokes*. [COH01]

Lorsqu'un photon arrive au voisinage d'un système énergétique au niveau fondamental, celui-ci peut absorber intégralement le photon et utiliser une partie de l'énergie pour atteindre un niveau énergétique supérieur. Le système excité renvoie alors le surplus énergétique dont il ne s'est pas servi sous la forme d'un autre photon. Ce photon est issu de l'effet Stokes. Pour un solide cristallisé, l'énergie volée au photon de passage sert à la création d'un phonon optique. Dans ce cas, l'énergie du photon Stokes est inférieure à celle du photon incident, de même que sa fréquence. Par rapport au photon incident, le photon Stokes est « décalé vers le rouge ».

Si le photon incident rencontre un système déjà excité, il lui est possible de voler une partie du surplus énergétique pour se l'approprier. Le système excité retourne à un état de plus basse énergie. Pour un solide cristallisé, l'effet anti-Stokes consiste en l'absorption d'un phonon optique par un photon. Dans ce cas, l'énergie du photon anti-Stokes est supérieure à celle du photon incident, de même que sa fréquence. Par rapport au photon incident, le photon Stokes est « décalé vers le bleu ».

De manière générale, tout système énergétique tend vers la minimisation de son énergie. Ainsi la population du niveau fondamental d'un système isolé est toujours supérieure à la population des niveaux de plus haute énergie. L'effet Stokes est plus probable que l'effet Anti-Stokes. La diffusion Râman Stokes est donc plus intense que la diffusion Râman anti-Stokes, sauf dans les cas de processus résonnant exceptionnels.

En fait, Râman montra qu'en éclairant un corps pur avec de la lumière monochromatique, le rayonnement diffusé contenait, en plus de la radiation excitatrice, des radiations dont la fréquence était caractéristique des spectres de vibration et de rotation des molécules. [BIE08]

De fait, la mesure de ce décalage fréquentiel entre l'onde incidente et l'onde diffusée permet de déterminer les fréquences de vibration et de rotation des molécules concernées. Du fait de son occurrence supérieure, c'est la diffusion Râman Stokes qui est la plus utilisée pour mesurer le décalage fréquentiel. Un spectre Râman se présente sous la forme d'un pic intense caractéristique de la diffusion Rayleigh, entouré de deux séries de pics plus petits, qui caractérise les effets Stokes et anti-Stokes. La Figure A.13 représente un tel spectre.

⁵⁹ Dans ce cas il n'y a plus une perte d'énergie, comme l'observait Stokes, mais un gain d'énergie.

⁶⁰ En 1852, le physicien irlandais George G. Stokes publia un article dans lequel il décrivit le phénomène de fluorescence dont il inventa le nom. Il observe que la fluorine et le verre d'uranium sont des matériaux qui ont la capacité de transformer une radiation ultraviolette invisible en une radiation visible. Le décalage de Stokes, qui décrit cette perte d'énergie, est appelé ainsi en son honneur. Le nom de fluorescence semble très fortement provenir de fluorine, ou *fluorspar* comme il était coutume de l'appeler en anglais à l'époque.

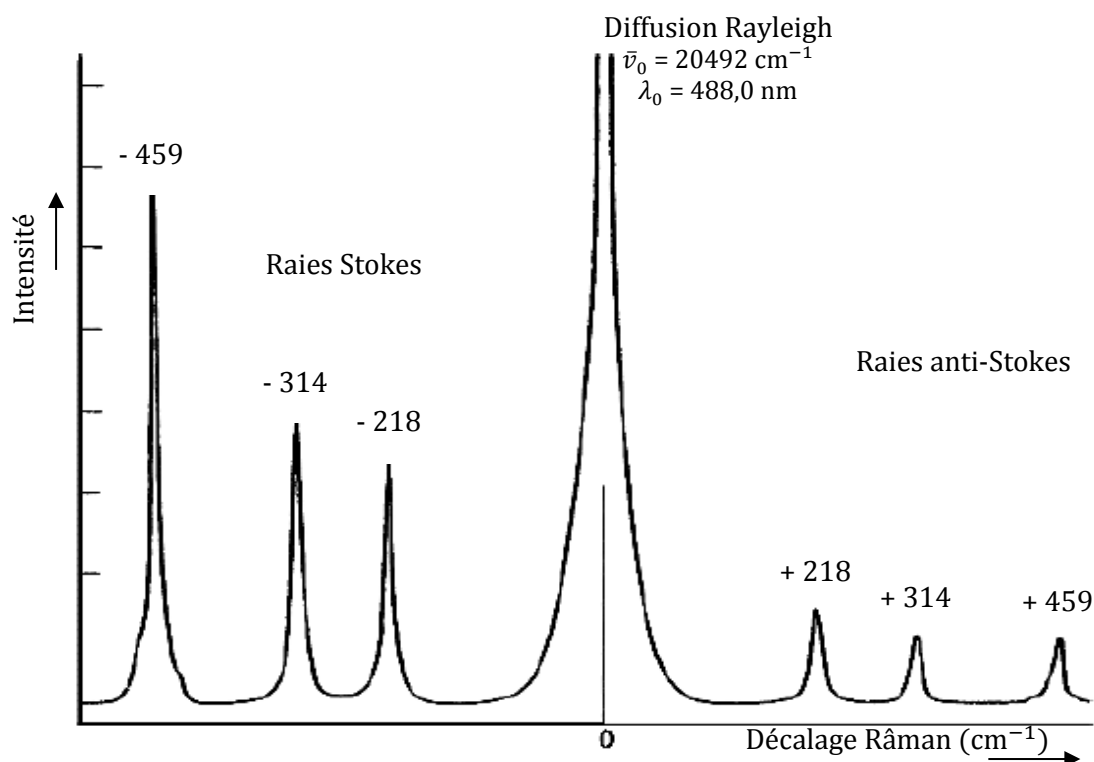


Figure A.13 - Spectre Raman de CCl_4 excité par le rayonnement bleu d'un laser à argon ionisé de longueur d'onde égale à 488,0 nm. Les chiffres au-dessus des pics correspondent au déplacement Stokes et anti-Stokes en cm^{-1} . [SKO03]

A.2.3. Diffusion élastique à haute énergie : Thomson

Pour ce type de diffusion, l'énergie du photon incident est maintenant grande devant l'énergie d'ionisation de l'atome. La diffusion élastique, donc sans changement fréquentiel, est dans ce cas appelé diffusion Thomson, d'après le physicien anglais Joseph J. Thomson qui découvrit l'électron en 1897⁶¹. Cette diffusion joue un rôle prépondérant dans la diffusion des rayons X mous par les atomes.

La diffusion Thomson peut s'interpréter en termes semi-classique. Le photon incident fait vibrer l'électron à une fréquence très supérieure à celle de son mouvement autour du noyau, de l'ordre de E_{ion}/h . Tout se passe, en première approximation, comme si l'électron atomique était libre, avant de rayonner. La diffusion Thomson est un phénomène très proche de la diffusion Rayleigh, mais la particule diffusante n'est plus un atome ou une molécule, mais un électron libre. En outre, la diffusion Thomson est indépendante de la longueur d'onde. [COH01][LER98]

A.2.4. Diffusion inélastique à haute énergie : Compton

En 1919, le physicien allemand Albert Einstein arrivait à la conclusion qu'un photon qui a une énergie E se propage dans une direction unique et transporte, malgré sa masse nulle, une quantité de mouvement égale à $h\nu/c$. En 1923, le physicien américain Arthur H. Compton et le chimiste néerlandais Peter Debye développèrent cette idée d'Einstein qui attribuait une quantité

⁶¹ En 1906, il montre que l'atome d'hydrogène n'a qu'un seul électron et en 1912, il observe qu'un faisceau de néon ionisé et dévié à la fois par un champ magnétique et un champ électrique produit deux tâches différentes sur sa plaque photographique : il découvre alors la notion d'isotope et, en l'occurrence, les deux stables les plus abondants du néon : ^{20}Ne et ^{22}Ne . Le ^{21}Ne ne représente que 0.27% alors que ^{20}Ne et ^{22}Ne représentent respectivement 90.48% et 9.25% des isotopes stables du néon.

de mouvement au photon. Ils réussirent à expliquer la diffusion des rayons X par les électrons en traitant les photons comme des particules ponctuelles d'impulsion $h\nu/c$ et en considérant la conservation de l'énergie et de la quantité de mouvement totale de l'ensemble photon-électron pendant la collision.

De manière physique, si un photon vient frapper un électron libre, approximativement immobile et qui peut osciller, et lui cède une certaine quantité de mouvement, un nouveau photon diffusé avec une longueur d'onde plus grande et une quantité de mouvement plus faible émerge sous un certain angle θ , comme le montre la Figure A.14.

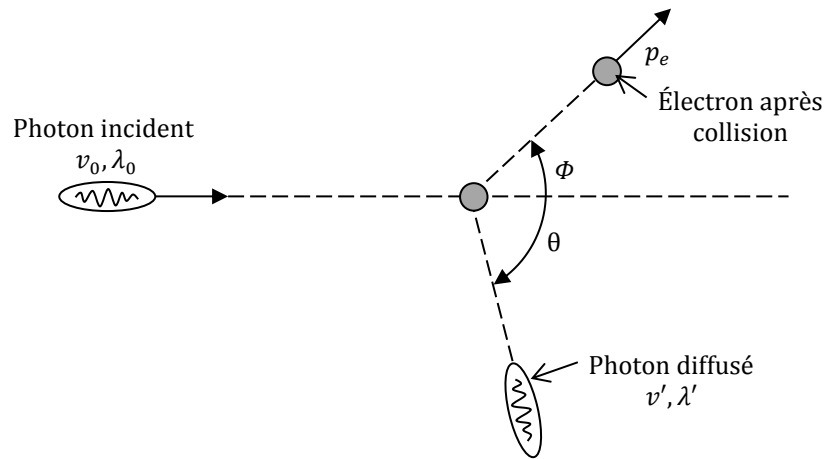


Figure A.14 – Diffusion d'un rayon X par un électron selon le modèle quantique

C'est un problème de collision, et le décalage de longueur d'onde $\Delta\lambda$ se calcule :

$$\Delta\lambda = \frac{h}{m_e c} (1 - \cos \theta) \quad (\text{A.81})$$

avec $h/(m_e c)$ la longueur d'onde de Compton de l'électron environ égale à 2,426 pm.

L'augmentation de longueur d'onde n'est fonction que de l'angle de diffusion du photon, elle est indépendante de la longueur d'onde [SER92][HEC03]. La Figure A.15 montre la modification du spectre suivant l'angle d'observation par rapport à la source

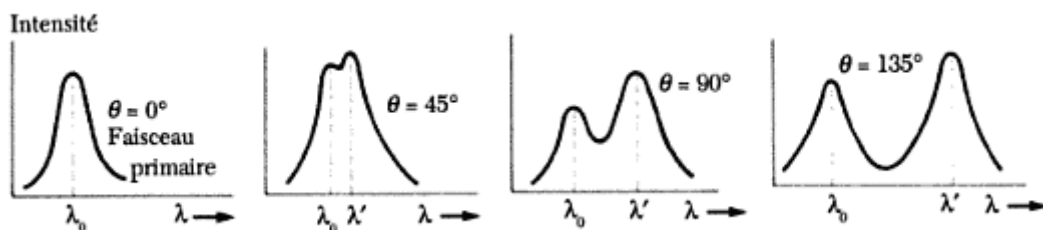


Figure A.15 - Intensité du faisceau diffusé en fonction de la longueur d'onde à $\theta = 0^\circ, 45^\circ, 90^\circ$ et 135° pour la diffusion Compton. Tiré de [SER92]

L'effet Compton apparaît nul dans la direction du photon incident et maximal dans la direction opposée.

Deux régimes sont distingués dans la diffusion Compton : le régime de Thomson et le régime de Klein-Nishina. Dans le régime de Thomson, les photons ont une énergie plus faible que

celle de l'électron au repos⁶². Après choc avec l'électron, le photon ne présente pas de variation de sa longueur d'onde. Seule sa direction de propagation est modifiée : la diffusion Compton décrit alors la diffusion Thomson. Dans le cas contraire, ou l'énergie est très supérieure à celle de l'électron au repos, le photon, après choc, a perdu quasiment toute son énergie et n'a plus que celle de l'électron au repos. Il y a alors une perte *catastrophique* d'énergie pour le photon, et le régime est dit de Klein-Nishina.

L'application de l'effet Compton n'est pas limitée à l'électron. Elle peut s'appliquer à toute particule chargée. Cependant, comme la variation de longueur d'onde est inversement proportionnelle à la masse de la particule, plus celle-ci est faible et plus l'effet est marqué et impressionnant. Cet effet a d'ailleurs fourni la preuve définitive que la lumière avait une nature corpusculaire.

⁶² Cette énergie se calcule en appliquant la formule $E^2 = m^2c^4 + p^2c^2$. Lorsque l'électron est au repos et qu'il n'a pas de vitesse, son impulsion p est nulle, et son énergie E est uniquement une énergie de masse qui s'exprime alors par $E = mc^2$. Le calcul aboutit à 511 875 eV, ce qui correspond à une longueur d'onde de 2,4 pm.

B. DÉTERMINATION DU PROFIL DES MODES TRANSVERSES D'UN LASER

B.1. MODES POUR UNE SYMÉTRIE CYLINDRIQUE

Lorsque la symétrie du résonateur optique est circulaire, et qu'aucun élément ne vient entraver cette symétrie, il est plus commode de calculer l'intensité lumineuse en coordonnées cylindriques (r, θ) . L'intensité lumineuse d'un mode $TEM_{p,l}$ est donnée, en tout point à partir du centre du motif par :

$$I_{p,l} = I_0 \rho^l [L_p^l(\rho)]^2 \cos^2(l\theta) e^{-\rho} \quad (B.82)$$

Avec $\rho = \frac{2r^2}{w^2}$, L_p^l le polynôme de Laguerre associé d'ordre p et d'index l , w la demi-largeur de faisceau du mode de plus bas ordre c'est-à-dire TEM_{00} (profil gaussien) et I_0 l'intensité maximum qui correspond au point où $r = \rho = 0$. [GUP04][KEO99][WIK13]

Dans un repère de coordonnées cartésiennes (x,y) , il vient :

$$\begin{cases} I_{p,l} = I_0 2^l (x^2 + y^2)^l [L_p^l(2(x^2 + y^2))]^2 \cos^2(l \arctan(\frac{y}{x})) e^{-2(x^2 + y^2)} & \text{si } x \neq 0 \\ I_{p,l} = I_0 2^l (x^2 + y^2)^l [L_p^l(2(x^2 + y^2))]^2 \cos^2(l \arctan(y)) e^{-2(x^2 + y^2)} & \text{si } x = 0 \end{cases} \quad (B.83)$$

Les polynômes de Laguerre se calculent selon la formule de Rodrigues :

$$L_n^k = \frac{(e^x x^{-k})}{n!} \frac{d^n}{dx^n} (e^{-x} x^{n+k}) \quad (B.84)$$

Le calcul explicite des polynômes peut se faire par l'équation suivante :

$$L_n^k = \frac{1}{n!} \sum_{i=0}^n \frac{n!}{i!} \binom{k+n}{n-i} (-x)^i$$

Avec $\binom{n}{k}$ le coefficient binomial, égal à $\frac{n!}{k!(n-k)!}$.

Les premiers polynômes associés de Laguerre sont : [MAT13]

$$\begin{aligned} L_0^k(x) &= 1 \\ L_1^k(x) &= -x + k + 1 \\ L_2^k(x) &= \frac{1}{2} [x^2 - 2(k+2)x + (k+1)(k+2)] \\ L_3^k(x) &= \frac{1}{6} (-x^3 + 3(k+3)x^2 - 3(k+2)(k+3)x + (k+1)(k+2)(k+3)) \end{aligned}$$

Une représentation graphique des calculs est donnée sur la Figure B.1 pour quelques premiers modes. Le mode 01* en forme de *donut* est un cas particulier. Il s'agit de la superposition de deux modes notamment des modes TEM_{01} et TEM_{10} orientés à 90° entre eux.

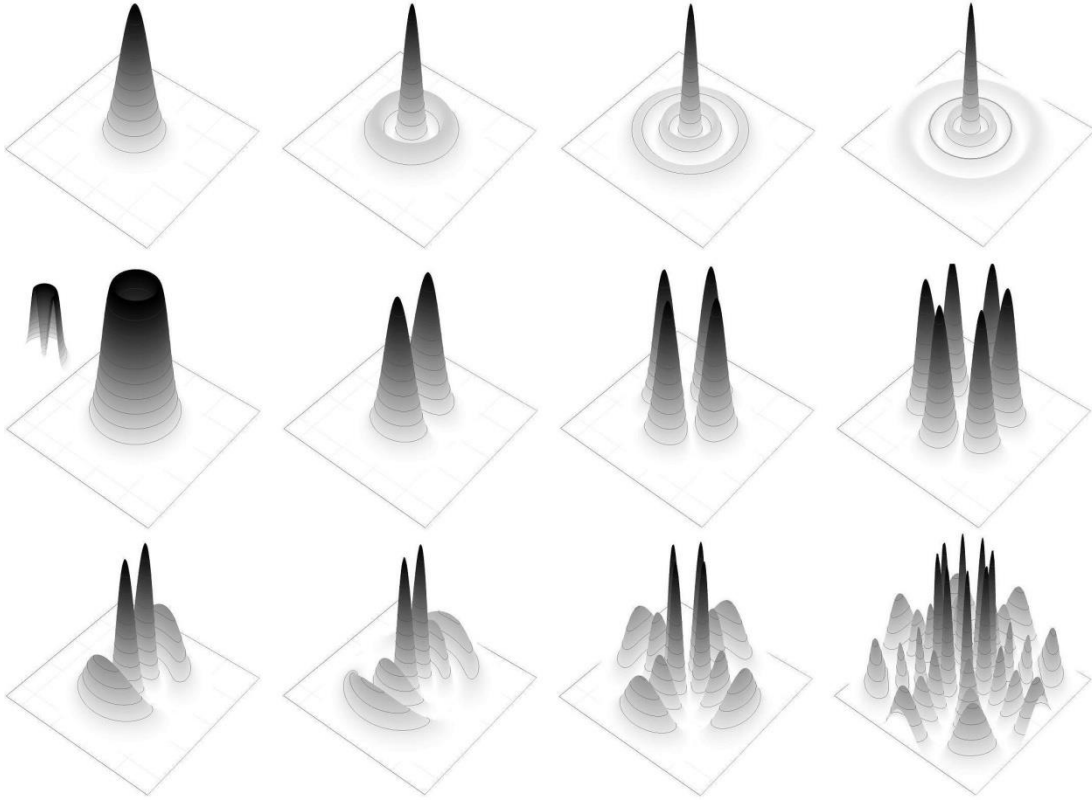


Figure B.1 – Représentation graphique de la distribution énergétique lumineuse pour différents modes de faisceau dans une symétrie cylindrique.

B.2. MODES POUR UNE SYMÉTRIE RECTANGULAIRE

Lorsque la symétrie du résonateur n'est pas circulaire mais rectangulaire ou que la symétrie circulaire est rompue, par la présence d'une fenêtre taillée à l'angle de Brewster par exemple, les modes transverses ont une apparence différente. Cette fois-ci il est plus commode d'effectuer les calculs en coordonnées cartésiennes (x,y) . Avec les mêmes notations que précédemment, l'intensité lumineuse d'un mode $TEM_{m,n}$ est donnée par : [\[GUP04\]](#)[\[KEO99\]](#)

$$I_{m,n}(x,y) = I_0 \left[H_m \left(\frac{x\sqrt{2}}{w} \right) e^{-\left(\frac{x}{w}\right)^2} \right]^2 \left[H_n \left(\frac{y\sqrt{2}}{w} \right) e^{-\left(\frac{y}{w}\right)^2} \right]^2 \quad (B.85)$$

Avec H_n le n-ième polynôme physique de Hermite. Ces polynômes sont définis par :

$$H_n(x) = (-1)^n e^{-x^2} \frac{d^n}{dx^n} e^{-x^2} \quad (B.86)$$

Les premiers polynômes physiques de Hermite sont :

$$H_0(x) = 1$$

$$H_1(x) = 2x$$

$$H_2(x) = 4x^2 - 2$$

$$H_3(x) = 8x^3 - 12x$$

$$H_4(x) = 16x^4 - 48x^2 + 12$$

Une représentation graphique des calculs est donnée sur la Figure B.2 pour quelques premiers modes.

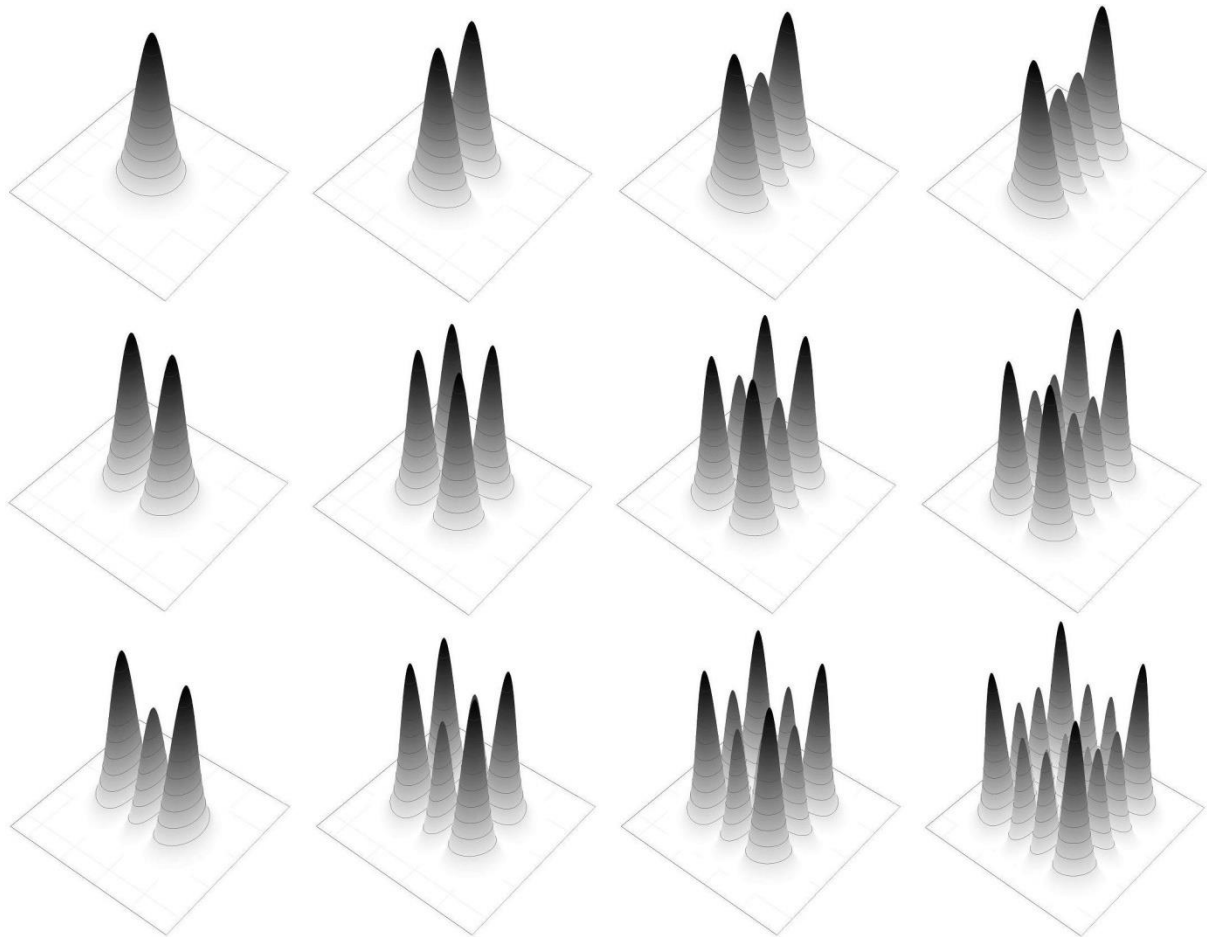


Figure B.2 – Représentation graphique de la distribution énergétique lumineuse pour différents modes de faisceau dans une symétrie rectangulaire.

C. GRANULOMÉTRIE ET ANALYSE D'IMAGES

Outre l'évaluation par diffusion de la lumière laser, il est tout à fait possible de déterminer la répartition granulométrique d'une poudre par analyse d'image, en mesurant les diamètres des particules sur une micrographie, ou sur une micrographie électronique. Pour avoir une statistique suffisamment fiable, il faut toutefois mesurer le diamètre d'un grand nombre de particule, au minimum 200 et, dans l'idéal, plus de 2000. Il est bien évident que la mesure manuelle du diamètre de plus de 2000 particules est une tâche particulièrement fastidieuse, d'autant que cette méthode peut ne pas être très fiable. Dans le cas de l'Inconel 738, 247 particules ont été soumises à la mesure de leur diamètre.

À l'issue du comptage, la difficulté principale du tracé de la densité de probabilité de taille de particules est celle du choix des classes. Le nombre de classes, la valeur centrale ainsi que la largeur des classes peut transformer l'allure de la courbe, ou de l'histogramme, sans compter que le centre de classe influence les paramètres de position. Il est donc préférable de tracer d'abord la fonction de répartition expérimentale, puis de l'ajuster avec les paramètres μ et σ les plus adéquats, lorsque cela est possible. Une fois ces paramètres connus, il est aisée de tracer la distribution. La Figure C.50 (a) présente la distribution en nombre obtenue après mesures optiques du diamètre des particules d'Inconel 738 pour deux choix de classes possibles et après l'ajustement de la fonction de répartition.

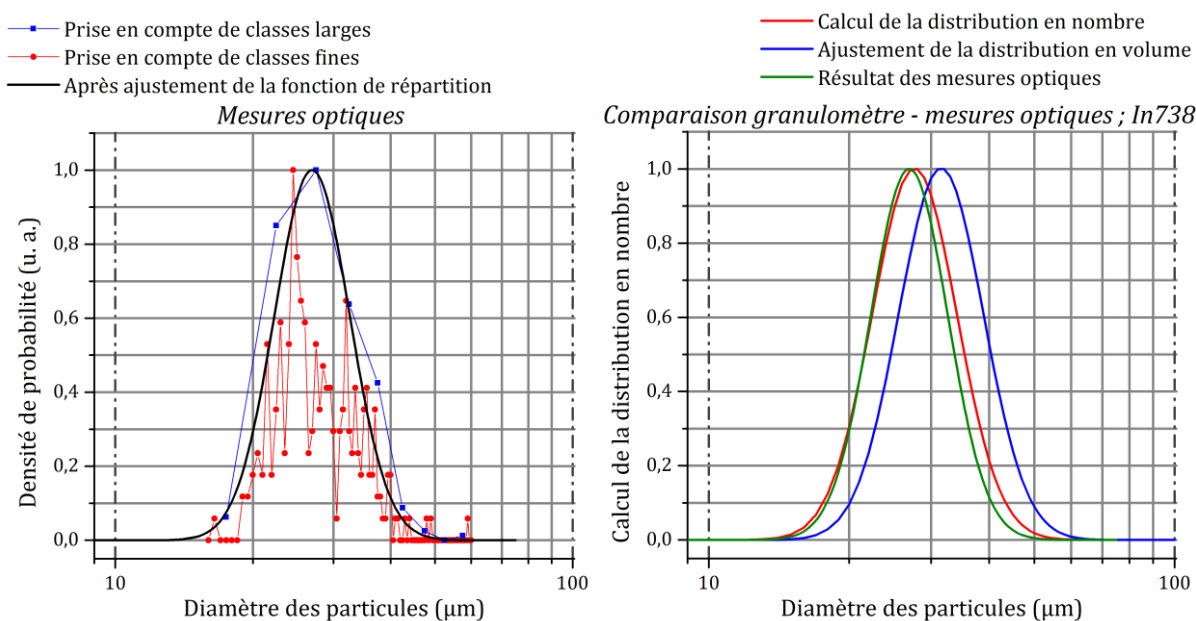


Figure C.50 – Distribution granulométrique de la poudre d'Inconel 738. (a) Détermination par mesures optiques suivant différentes taille de classes et après ajustement de la fonction de répartition ; (b) comparaison des résultats de mesure optique avec les résultats du granulomètre laser.

La détermination par analyse d'image de la répartition granulométrique d'une poudre donne une distribution en nombre et non plus en volume comme le fait le granulomètre laser. Le calcul de l'une en connaissant l'autre reste toujours possible. La Figure C.50 (b) présente la superposition de la distribution en volume, de celle en nombre calculée depuis celle en volume, ainsi que les résultats des mesures optiques. Ces deux dernières se superposent presque pour les petits diamètres. Pour les diamètres situés après le mode, les mesures optiques tendent à sous-estimer la quantité de particules de ces tailles par rapport au calcul issu de la granulométrie laser. C'est là où la fiabilité de la mesure par analyse d'image peut être remise en cause, même si les résultats issus de la diffusion laser ne sont pas absolus. Cette différence s'explique facilement par le fait que la représentation des grosses particules est statistiquement sous-évaluée, ce qui est identique à une surévaluation des petites. Ceci provient de l'asymétrie

de la distribution log-normale, toujours positive pour une telle loi, qui favorise la représentativité des petites particules, au détriment des plus grosses, lors d'une observation sur un plan. La Figure C.51 permet d'apprécier cet effet. Pour la poudre d'Inconel 625 neuve, la distribution en nombre déterminée à partir de la granulométrie laser donne le premier décile à $4,2\ \mu\text{m}$ et le neuvième à $16,5\ \mu\text{m}$. Sur la micrographie, il y a environ 150 particules visibles entièrement dont 54 de diamètre inférieur à $4,2\ \mu\text{m}$ et 3 de diamètre supérieur à $16,5\ \mu\text{m}$, représentant alors respectivement 36 % et 2 % du total. Ce résultat est bien loin des 10 % attendus d'après la distribution issue de la granulométrie laser. Il peut être signalé que le facteur σ issu des mesures optiques et égal à 0,52 est proche de celui calculé depuis la granulométrie laser et établi à 0,53. Seul le paramètre de position μ est significativement changé et passe de 2,12 à 1,75.

Il s'agit évidemment d'un exemple ponctuel, caractéristique du phénomène mais qui ne saurait être considéré comme représentatif car il s'agit d'un exemple isolé. Il permet toutefois d'illustrer le propos.

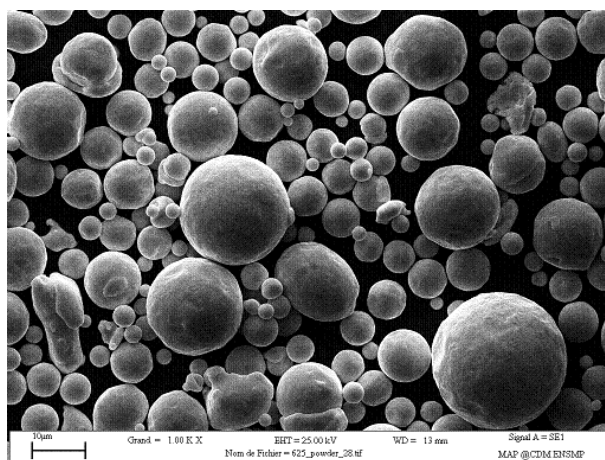


Figure C.51 – Micrographies électronique de particule de poudre d'Inconel 625. L'échelle représente $10\ \mu\text{m}$.

Pour observer d'une autre façon cet effet de surreprésentation des petites particules, des mesures de diamètre de poudre plus poussées, par analyse d'image, ont été effectuées sur l'Inconel 625, car la distribution présente une asymétrie plus importante. Les mesures ont été faites à l'aide d'images issues de microscopie électronique comportant chacune environ 150 particules, dont un exemple est donné en Figure C.51. La première méthode consiste à mesurer 60 particules sur chaque micrographie, un peu au hasard, sans chercher à viser particulièrement une taille de classe. La seconde méthode consiste à numéroter les 60 diamètres précédents, et à en choisir 20 avec un tirage aléatoire pour limiter le facteur humain qui pourrait avoir tendance à préférer une certaine taille. Pour un minimum de 200 particules à étudier, il faut donc 10 micrographies. La dernière méthode consiste à mesurer toutes les particules possibles sur trois micrographies. Ainsi, la première méthode contient 600 mesures, la deuxième 200 et la dernière 407, dans le cas présent. Les fonctions de répartition obtenues à la suite des mesures sont données sur la Figure C.52 (a). Avec l'échelle utilisée, les deux premières méthodes donnent sensiblement la même fonction de répartition. En revanche, la troisième méthode qui consiste à prendre en compte toutes les particules présentes sur une même image montre un net décalage vers les petites, illustrant encore une fois l'influence même de l'asymétrie. Pour les deux dernières méthodes, la Figure C.52 (a) montre aussi l'ajustement fait par la fonction de répartition log-normale. Il peut être remarqué que pour les particules en dessous de $3\ \mu\text{m}$, l'adéquation n'est plus très juste.

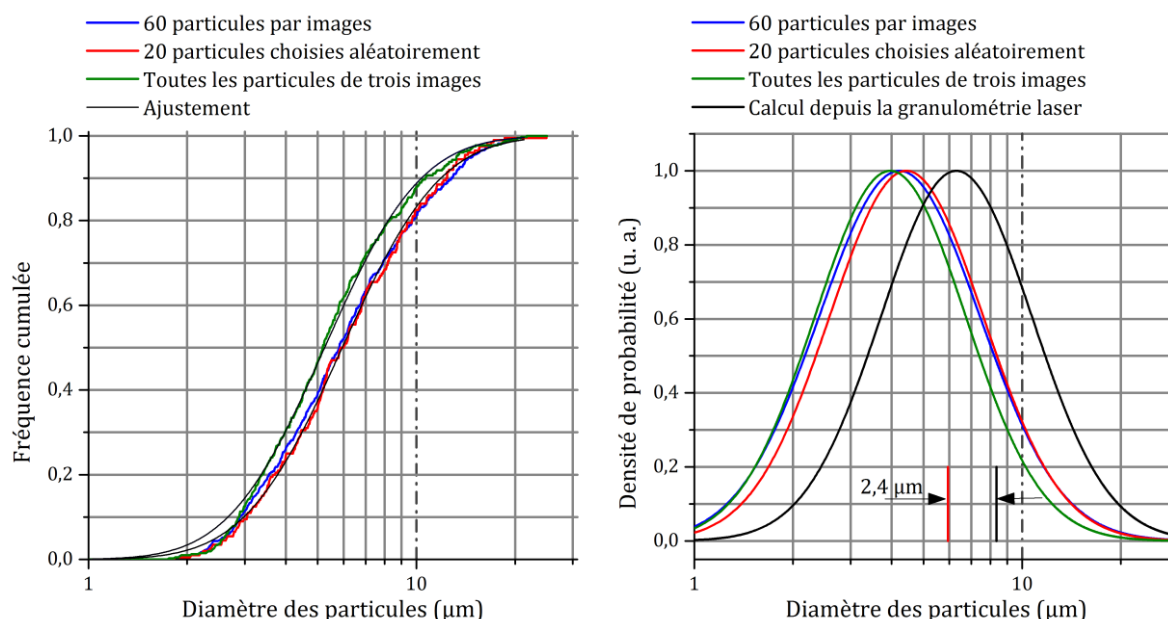


Figure C.52 – (a) Fonction de répartition pour les trois méthodes de mesure optique sur des particules d'Inconel 625, (b) densités de probabilité associées aux fonctions de répartition des trois méthodes de mesure optique et densité de probabilité en nombre calculée depuis l'ajustement en volume pour l'Inconel 625.

La Figure C.52 (b) donne la densité de probabilité pour les trois méthodes obtenue après ajustement et accompagnées des résultats du calcul de la distribution en nombre depuis l'analyse granulométrique laser. La courbe provenant de la méthode pseudo-aléatoire est la plus proche de celle calculée à partir de la granulométrie laser. Il s'agirait donc de la courbe la moins *biaisée*. Cette méthode pseudo-aléatoire pourrait être améliorée en choisissant les diamètres de manière aléatoire sur la totalité des particules de l'image. Mais l'existence de cette surreprésentation des petites particules continuerait tout de même à transparaître car elle est intrinsèquement liée à la méthode de mesure.

Du fait de la représentation semi-logarithmique ce biais est particulièrement apparent pour les petites particules. Toutefois, la différence entre la médiane de la « courbe aléatoire » et de la « courbe laser » n'est *que* de $2,4 \mu\text{m}$, tandis que les paramètres de dispersion σ sont quasiment identiques, respectivement égaux à 0,54 et à 0,53, pour l'Inconel 625. Pour la méthode prenant en compte toutes les particules des images, ce paramètre reste égal à 0,53. Pour l'Inconel 738, la différence entre les deux médianes est sensiblement égale à $1 \mu\text{m}$ et les paramètres de dispersion sont tous deux égaux à 0,21. Ceci traduit bien un simple effet de « translation⁶³ » de la distribution.

Pour les petites particules comme celles de l'Inconel 625, il peut aussi y avoir un effet d'ombrage qui intervient au niveau de la mesure. En effet, sur les micrographies électroniques, des effets d'ombre et de lumière interviennent sur le contour des particules et peuvent mener à une légère sous-estimation du diamètre dans la partie sombre en particulier dans les cas d'une petite particule cachée par une grosse. Malgré cela, l'incertitude de la mesure ne suffit pas à expliquer totalement le décalage de $2,4 \mu\text{m}$ pour l'inconel 625. Pour les grosses particules de l'Inconel 738, cet effet apparaît plus négligeable d'autant plus que l'étendue de la distribution est plus faible. Le reste du décalage est la responsabilité de l'asymétrie.

Ainsi, la détermination d'une distribution granulométrique est délicate à partir d'analyse d'images. Elle peut induire un biais difficile à supprimer, si la distribution est asymétrique. Ce biais est d'autant plus important que l'asymétrie de la distribution est grande. Si la distribution revêt la forme d'une gaussienne, c'est-à-dire d'une loi normale, pour laquelle l'asymétrie est

⁶³ Cette translation n'est toutefois observable que dans un repère semi-log. Dans un repère linéaire, la modification du paramètre μ , donc de la médiane, modifie aussi la forme de la courbe.

rigoureusement nulle, alors un tel exercice peut être fiable si le grossissement est choisi de manière convenable. En revanche, plus la distribution possède une asymétrie non-nulle, plus l'exercice est délicat et la fiabilité des résultats est affectée du fait d'une sur-représentativité d'une partie de la population lors de l'observation sur un plan. Lorsque l'asymétrie est positive, comme dans le cas de la loi log-normale, ce sont les petites particules qui se manifestent plus souvent, occasionnant un décalage « mécanique » de la distribution vers celles-ci. Le fait que la distribution granulométrique soit souvent représentée sous la forme d'une gaussienne dans un repère semi-logarithmique cache cette asymétrie et son influence. Dans le cas où l'asymétrie serait négative, il est attendu un décalage « mécanique » de la distribution vers les grandes valeurs.

Dans l'absolu, la granulométrie laser et la mesure par analyse d'image sont deux techniques complémentaires. Si la première est fiable pour des particules sphériques de taille supérieures à 2 μm (liée à la longueur d'onde du faisceau laser), la seconde est d'autant plus fiable que la répartition est symétrique. Suivant les cas, l'une ou l'autre de ces deux méthodes peut être préférée, mais l'utilisation des deux permet d'éclaircir les bornes du doute pour les cas les plus délicats.

D. LA SITUATION ÉNERGÉTIQUE EN EUROPE

Cette partie de l'annexe traitera essentiellement de la question de l'énergie et s'avère être un bon complément, voire une introduction, au chapitre 6. Après quelques définitions, elle tentera de dresser un état des lieux de la situation mondiale sur la production et sur la consommation énergétique mondiale. Le sujet se concentrera sur le territoire européen pour déterminer une perspective à plus ou moins long terme sur l'état de l'approvisionnement pour le vieux continent. Il s'agit surtout d'avoir une vision claire sur le sujet pour déterminer dans quelles conditions le développement des procédés de fabrication additive peuvent présenter un réel atout. Le développement de cette partie est très fortement inspiré des travaux de Jean-Marc Jancovici sur la question, travaux présentés en conférence ou sur son site internet [JAN13].

D.1. DÉFINITIONS

D.1.1. Énergie

L'étymologie du mot énergie provient du grec ancien où *ενεργεια* signifiait, selon Aristote, « la force en action ». Étienne Klein confie que l'énergie, [KLE12]

est un mot qui est victime d'une polysémie ; il peut aussi bien désigner la force que la puissance, la vigueur, l'élan, le dynamisme, la volonté, la détermination, etc. « Nous ne nous comprenons que parce que nous parlons vite » remarquait Paul Valéry. Et quand on met le mot énergie dans une phrase, tout va bien, on comprend le sens de la phrase. Mais si on sort le mot individuellement du flux dans lequel nous l'avons embarqué, il devient mystérieux.

La définition conceptuelle moderne de l'énergie a été donnée par Max Planck en 1887 dans *Das Prinzip der Erhaltung der Energie* (*Le principe de conservation de l'énergie*), qui répond à l'œuvre de Hermann von Helmholtz *Über die Erhaltung der Kraft* (*Sur la conservation de la force*) publiée en 1847. Cette définition est l'aboutissement de plus de 40 ans d'un nettoyage conceptuel entrepris par les physiciens d'alors, pour lesquels les concepts de puissance, force et énergie n'étaient pas parfaitement définis et donc étaient parfois confondus [KLE12][KLE13]

Ce que dit Planck, c'est que la première, et unique, propriété fondamentale de l'énergie, celle qui lui sert de définition, est qu'elle constitue une grandeur abstraite qui se conserve. [KLE12]

Ainsi, l'énergie n'est rien d'autre que la quantité qui se conserve au cours du temps. De ce fait, nul ne peut produire de l'énergie !

D.1.2. Entropie

L'entropie est une grandeur qui caractérise la capacité d'un système physique à subir des transformations spontanées. Plus l'entropie d'un système est grande, moins le système pourra évoluer. Il s'agit du deuxième principe de la thermodynamique. L'entropie mesure aussi la qualité de l'énergie disponible au sein d'un système. Lorsque de l'énergie est utilisée lors d'une transformation, elle devient de moins en moins utilisable, c'est-à-dire que l'énergie se dégrade. Une énergie de bonne qualité est une énergie de faible entropie. [KLE12]

Quand on dit que l'on consomme de l'énergie, ce que l'on fait vraiment, c'est prendre de l'énergie sous une forme de faible entropie et la convertir en une quantité exactement égale d'énergie d'entropie plus élevée. Consommer de l'énergie, c'est simplement dégrader sa qualité. La combustion du pétrole crée de l'entropie en détruisant l'ordre qui relie les atomes de carbone et d'hydrogène. En conséquence, il n'existe pas d'énergie renouvelable. Ce qui est renouvelable, c'est le mécanisme physique à partir duquel on peut consommer de l'énergie, c'est-à-dire la dégrader. Mais une fois qu'elle est dégradée, elle est dégradée. En temps qu'énergie consommée, elle n'est pas renouvelable. [KLE12]

Le premier principe de la thermodynamique est un principe égalitaire ; il stipule que la chaleur est égale au travail des forces sur un système. Le deuxième principe est inégalitaire dans la mesure où la variation d'entropie dS est inférieure à la variation de chaleur dQ . Il donne, sans le nommer, une priorité au travail par rapport à la chaleur. Pour passer d'un état à un autre, il existe des chemins qui minimisent la chaleur *dégagée*, maximisant ainsi la chaleur reçue de l'environnement.

D.1.3. Énergie primaire et énergie finale

Le pétrole, le gaz et le charbon représentent des *énergies primaires*, c'est-à-dire des énergies qui sont présentes naturellement sur Terre, au même titre que l'énergie solaire ou l'énergie éolienne. D'autres « sources » d'énergie ne sont pas directement utilisables, elles nécessitent une transformation ; le pétrole doit être raffiné, le gaz purifié et le charbon doit passer dans une centrale thermique afin de produire de l'électricité. Les ressources fossiles ainsi transformées, par un procédé au rendement non unitaire, peuvent alors être utilisées directement par les machines, sous forme d'essence, de gaz purifié, ou encore d'électricité. Il s'agit là d'*énergies finales*. Le kérosène, le gaz liquéfié, l'électricité ou encore l'hydrogène ne sont que des énergies finales car elles ne se trouvent pas à l'état naturel.

Par exemple, le rendement moyen d'une centrale électrique moderne est de l'ordre de 38 % [BP13]. Cela signifie que pour obtenir 1 tonne équivalent pétrole (tep) d'énergie finale électrique, il a fallu 2,63 tep d'énergie primaire. De manière générale, l'énergie électrique est plutôt exprimée en kWh ou avec une unité supérieure. La tonne équivalent pétrole représente l'énergie contenue lors de la combustion d'une tonne de pétrole et est fixée à 11 630 kWh selon l'Agence internationale de l'énergie (AIE). Ainsi, la production d'1 GWh d'énergie électrique nécessite 227 tep d'énergie primaire.

D.2. L'ÉNERGIE COMME MESURE DES TRANSFORMATIONS

L'énergie c'est aussi, selon le premier principe de la thermodynamique, la marque du changement d'état d'un système. De fait, transformer le monde physique ou utiliser de l'énergie c'est exactement la même chose. Produire un mouvement, changer l'état de la matière, modifier une température ou une composition chimique ou encore modifier la position d'un corps dans un champ revient à transformer de l'énergie. Dans la mesure où un changement ne peut être « propre », il n'existe donc pas d'« énergie propre ». Au mieux, le changement peut être intéressant ou engendrer un bénéfice ; au pire, il produit des inconvénients, c'est-à-dire une « pollution ». Ainsi, il n'existe pas de système productif sans énergie. Avant de dépendre d'un prix, le système économique dépend de l'énergie disponible, en volume.

D.2.1. La machine, esclave moderne

Il est intéressant de déterminer l'ordre de grandeur de l'énergie mécanique que peut fournir un individu. Si un être humain de 70 kg utilise ses jambes pour grimper 2000 mètres de dénivelés sur une montagne, avec 30 kg sur le dos, l'énergie mécanique restituée vaut $E = mgh$ soit 0,5 kWh. En supposant qu'il puisse effectuer cette ascension tous les deux jours, cet être humain peut produire, en ordre de grandeur, 100 kWh par an. Cela représente une puissance moyenne d'environ 11 W. S'il utilise plutôt ses bras pour creuser un trou et remonter 3 kg de terre par pelletée toutes les 5 secondes, soit 17 tonnes en 8 heures, il pourra restituer environ 10 kWh par an, soit dix fois moins.

Un litre d'essence peut libérer environ 10 kWh d'énergie thermique par combustion et entre 2 kWh et 4 kWh d'énergie mécanique après passage dans un moteur. En ordre de grandeur, cela signifie simplement qu'un litre d'essence possède la même capacité à changer le monde que dix êtres humains se servant de leurs jambes en un jour ou que cent êtres humains se servant de leur bras en un jour. [MAN01]

En payant l'être humain au Smic (salaire minimum interprofessionnel de croissance), le kilowattheure d'énergie mécanique humain coûterait de quelques centaines à quelques milliers d'euro. Ce même kilowattheure coûte moins d'un euro avec le pétrole. Ainsi, avec les combustibles fossiles, il est possible de transformer l'environnement pour quelques centaines à quelques milliers de fois moins cher avec une machine qu'avec des êtres humains. L'énergie ne vaut rien !

Si l'être humain n'est plus payé, les frais occasionnés par le fait qu'il faille habiller l'esclave, le loger, le chauffer et le protéger des maladies coûtent toujours dix à cent fois plus cher que la machine. Avec l'avènement du pétrole, l'esclavage est devenu antiéconomique et cela éclaire d'un jour nouveau la raison de l'abolition de l'esclavage. L'énergie ne vaut rien !

L'énergie ne vaut rien, et c'est très précisément ce qui a permis l'organisation du monde moderne : la structure des métiers, le pouvoir d'achat, les études longues, les vacances, la santé, la retraite, la mondialisation (« américanisation » ou plutôt « états-unisation »), la concentration urbaine, la productivité du travail agricole, etc.

Le faible coût de l'énergie fait que l'humanité en consomme de plus en plus. Depuis un siècle et demi, en moyenne mondiale, chaque personne est passée d'une consommation annuelle de 1500 kWh à 20 000 kWh [MAN02]. La Figure D.8 montre cette évolution de la consommation depuis 1960. Si l'énergie était initialement consommée sous forme de charbon, elle a depuis été rejointe par le pétrole et le gaz notamment, sans qu'aucune de ces sources d'énergie ne décroisse sensiblement. Ceci s'explique facilement du fait que les usages de ces énergies ne sont pas les mêmes. Le charbon sert notamment à fabriquer de l'électricité (et de l'acier), tandis que le pétrole sert aux transports. Au passage, le charbon est une énergie du présent, et sera très probablement l'énergie du futur. En 2011, plus de 40 % de l'électricité mondiale était produite par du charbon comme l'indique la Figure D.2. La Chine produit 80 % de son électricité avec du charbon et est le plus gros consommateur de charbon au monde. En 2012, sa consommation de charbon dépassait celle de tous les autres pays réunis.

Les machines, nourries à l'énergie carbonée, remplacent le travail humain. En considérant qu'un être humain peut libérer 100 kWh par an, et qu'en moyenne mondiale un individu consomme 20 000 kWh, alors chacun possède 200 esclaves énergétiques. En Europe, la moyenne est à 500 esclaves énergétiques. En d'autres termes, en l'absence d'énergie (principalement fossile), chaque européen aurait besoin de 500 esclaves travaillant à sa place pour maintenir son niveau de vie...

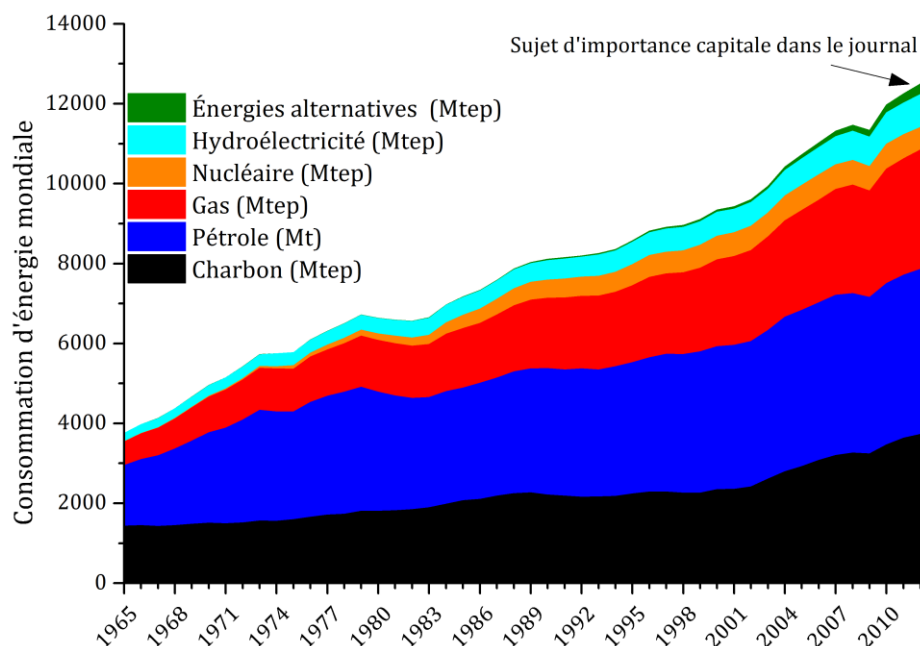


Figure D.8 – Consommation d'énergie mondiale, hors bois, de 1965 à 2013 exprimée en million de tonnes (Mt) pour le pétrole et en million de tonnes équivalent pétrole (Mtep) pour les autres énergies. La courbe tend à montrer que depuis 1965, chaque nouvelle source d'énergie croît et s'est ajoutée aux précédentes. Le gaz (naturel !) et le pétrole (tout aussi naturel !) ne sont pas venus en remplacement du charbon (naturel ...), ils se sont simplement ajoutés à celui-ci. Le comportement est identique pour les énergies alternatives ; elles ne semblent pas venir en remplacement des combustibles fossiles ou du nucléaire. Cette catégorie regroupe la géothermie, l'énergie solaire récupérée (photovoltaïque et solaire à concentration), l'éolien, la biomasse et les déchets. [BP13]

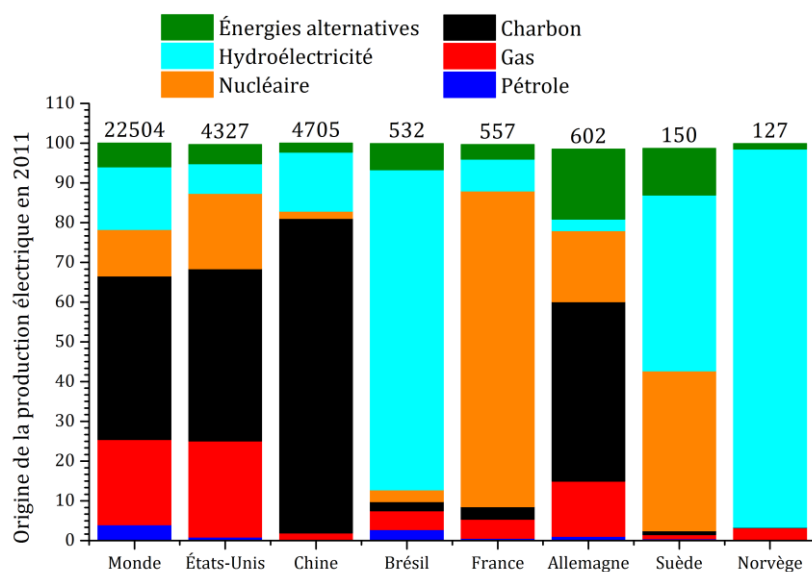


Figure D.9 – Origine de la production électrique en 2011 pour le monde, les États-Unis, la Chine, le Brésil, la France, l'Allemagne, la Suède et la Norvège. Le chiffre indiqué pour chaque pays représente la production électrique totale en TWh. [BM13]

D.2.2. Le modèle économique hors de son temps

Le secteur de l'énergie est considéré comme un secteur secondaire de la participation au produit intérieur brut (PIB, *gross domestic product : GDP*) par les économistes, c'est-à-dire que ces derniers ne perçoivent pas le lien direct entre énergie et production. Pour rappel, le PIB est l'indicateur macroéconomique majeur qui mesure, soit disant, « la production de richesses » par

les agents économiques dans une zone particulière⁶⁴. Du fait du système de compte qui inclut même les transactions non marchandes, le PIB d'un pays est, en première approximation, la somme de toutes les fiches de paye des intervenants économiques. Le système économique ne prend pas en compte le fait que sans énergie, il n'y a pas de transformation possible, donc pas d'appareil productif, donc pas de PIB. Cette cécité est quelque peu structurelle et provient d'une définition de l'outil économique ayant près de deux siècles. L'appareil productif a été défini comme étant uniquement fonction du travail et du capital comme l'indique la Figure D.10 (a). Or ce modèle traduit une vision erronée des flux physiques. En fait, en entrée du système productif, il faudrait mettre les ressources, en plus du travail, comme représentés sur la Figure D.10 (b).

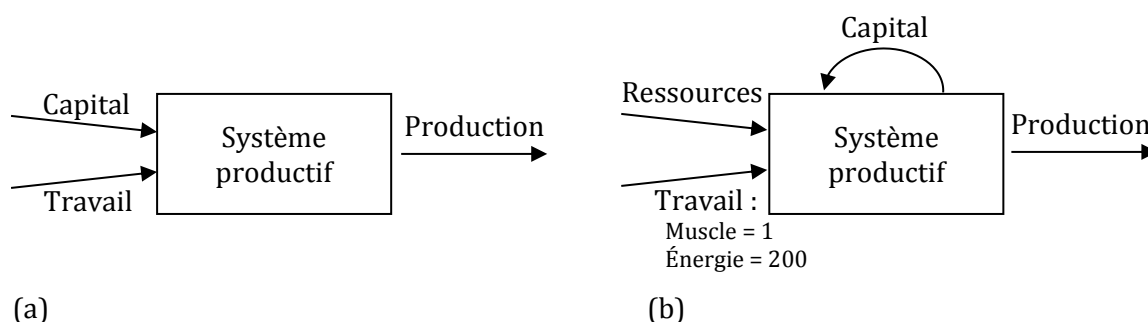


Figure D.10 - (a) Représentation du modèle économique utilisé par les économistes actuels ; (b) représentation du système économique réel, dans lequel il faudrait prévoir une dotation aux amortissements pour les ressources naturelles et l'énergie. [JAN13]

Le capital ne représente finalement que des ressources et du travail passés qui durent et qui doit être affecté au profit de la production future. Par exemple, un immeuble fait partie du capital. Le système productif humain c'est exactement, et uniquement, la transformation de ressources naturelles. Dans la convention économique actuelle, bâtie il y a deux cent ans, ces ressources ne sont pas prises en compte : elles sont gratuites. À l'époque, la population mondiale était nettement moins nombreuse et la ponction dans les ressources naturelles était suffisamment faible pour appliquer cette convention. Toutefois, les conditions d'exploitation ont singulièrement changé, mais le modèle est resté... en oubliant les fondamentaux.

Le travail, autre nom de l'énergie, permet de transformer les ressources. Dans l'état actuel des choses, le travail fourni par les muscles vaut 1 quand celui fourni par l'énergie, donc par les machines, vaut 200. Finalement, les données d'entrée du système productif se résument essentiellement aux ressources et à l'énergie. Ainsi, s'il y a une restriction en volume sur l'énergie ou sur les ressources, il y a une restriction en volume sur la production. Les deux goulots d'étranglements, qui sont déjà à l'œuvre de nos jours, sont précisément ceux qui ne sont pas mesurés dans le modèle économique actuel. Le sacro-saint PIB actuel est donc foncièrement aveugle et incapable de prévoir les ralentissements économiques.

D.2.3. La dictature de l'énergie

Un bon indicateur de l'arrivée des récessions est la consommation d'énergie. Pour les pays dont le pétrole représente la plus grande part du *mix* énergétique, l'observation de la consommation de pétrole permet d'observer l'arrivée d'une « crise ». La Figure D.11 montre la consommation de pétrole de 1960 à 2012 pour un certain nombre de pays européens. Un net déclin de la consommation est observé pour tous les pays depuis 2007, voire avant. La part de pétrole dans le *mix* des pays qui sont actuellement le plus profondément enfoncés dans la *crise* en Europe était de plus de 40 % en 2004 : Grèce (60 %, voir Figure D.12), Irlande (60 %), Portugal (56 %), Pays-Bas (50 %), Espagne (47 %) et Italie (45 %). [BP13]

⁶⁴ En fait, il s'agit surtout d'une mesure de la destruction des ressources naturelles, ou de la création d'entropie, que l'on s'évertue à faire croître...

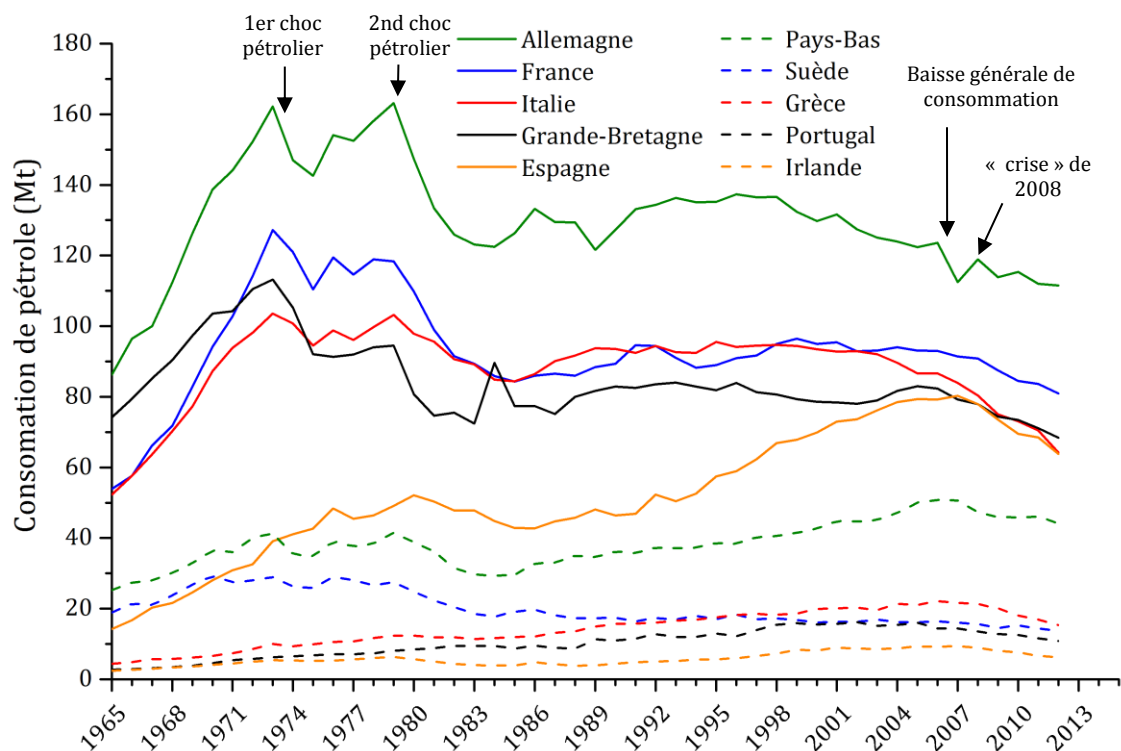


Figure D.11 – Consommation de pétrole pour dix pays de l'union européenne, entre 1965 et 2012. Pour l'Allemagne, la France, l'Italie et la Grande-Bretagne, et dans une moindre mesure pour les Pays-Bas et la Suède, l'effet des deux chocs pétroliers de 1973 et 1979 sont clairement visibles. En outre, les courbes montrent toutes un déclin prolongé, depuis au moins 2007. [BP13]

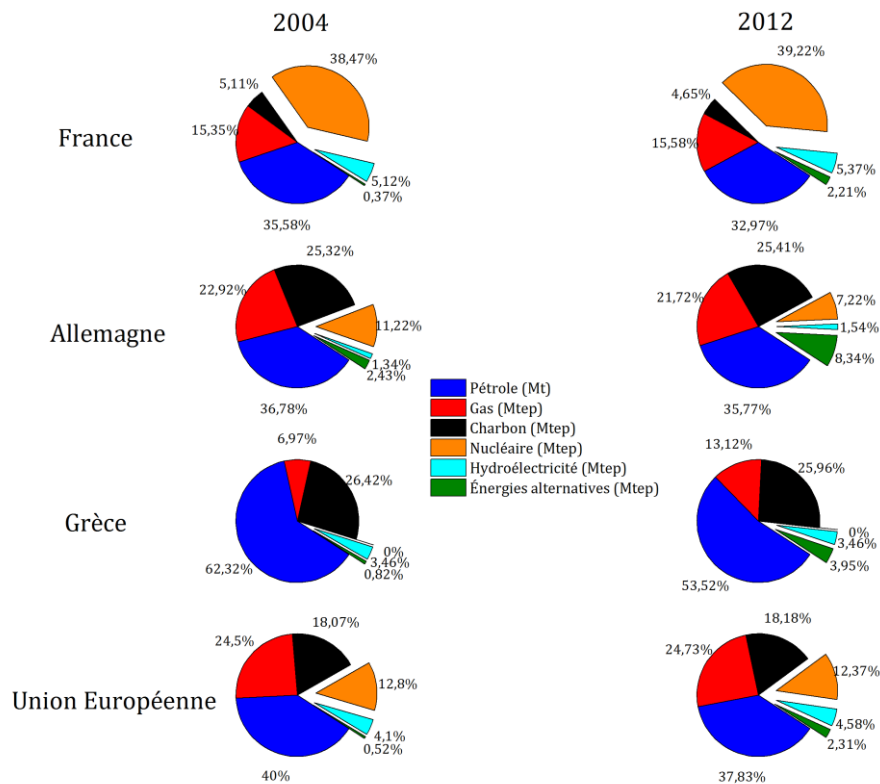


Figure D.12 – Mix énergétique en 2004 et en 2012 de la France, de l'Allemagne, de la Grèce et de l'Union Européenne. En dehors de la France, la part d'énergie fossile est supérieure à 80 %. [BP13]

La Figure D.13 (a) montre que pour la France, l'Allemagne et la Grande-Bretagne cette baisse de la consommation de pétrole n'indique pas nécessairement une baisse du PIB. En revanche, pour les autres pays, représentés sur la Figure D.13 (b), la baisse de la consommation s'accompagne d'une diminution du PIB. Chronologiquement, c'est d'abord la consommation qui décroît puis le PIB, l'année suivante ou celle d'après.

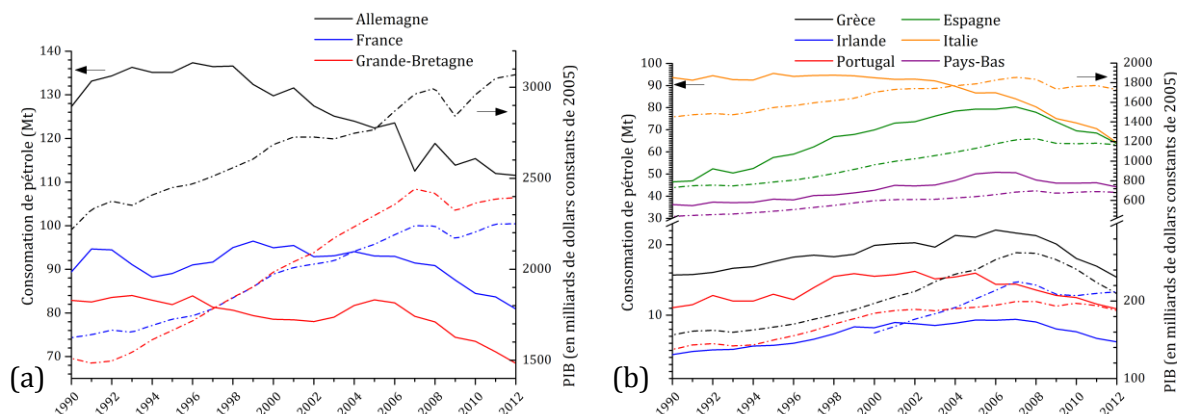


Figure D.13 – Consommation de pétrole et PIB national de 1990 à 2012 pour (a) la France, l'Allemagne et la Grande-Bretagne et (b) la Grèce, l'Irlande, le Portugal, l'Espagne, l'Italie et les Pays-Bas. [BP13] [BM13]

La Figure D.14 représente ces données sous une autre forme. Le PIB est donné en fonction de la consommation de pétrole. Chaque point correspond à une année et le sens chronologique est ascendant, vers les PIB les plus élevés.

Pour toutes les zones géopolitiques, le PIB augmente de manière linéaire depuis le début des séries jusqu'à 1973, année du premier choc pétrolier. Après une baisse de la consommation, celle-ci remonte jusqu'en 1979, année du second choc pétrolier. Il s'ensuit une nouvelle diminution de la consommation de pétrole.

Pour la France, après 1985, le PIB augmente pour une consommation de pétrole sensiblement constante. Il peut être noté que « de 1974 à 2007, la France a plus que doublé son PIB en baissant significativement sa consommation de pétrole ; elle est un des rares pays occidentaux à présenter ce profil » [MAN03]. Ceci est notamment une conséquence du développement du parc électronucléaire qui atteint sa maturité au milieu des années 1980.

En Allemagne, le phénomène d'augmentation du PIB malgré la diminution de la consommation de pétrole dans les années 1990 et suivantes, est attribué à la réunification « qui a permis une formidable augmentation de la productivité et donc une hausse du PIB sans hausse de la consommation d'énergie » [MAN03] et en particulier de pétrole.

Pour la Grèce, les événements de 1973 et 1979 impactent le PIB mais faiblement. Depuis le début de la période et jusqu'aux années 2000, la corrélation entre l'augmentation de la consommation de pétrole et le PIB est particulièrement marquée. Elle est justifiée par la part importante de pétrole dans cette économie. Après 2007, la courbe présente une « crosse » tournée vers la gauche indiquant clairement que c'est d'abord l'énergie qui diminue avant le PIB. C'est-à-dire que c'est l'énergie du pétrole qui pilote le PIB. Dans le cas contraire, la crosse serait tournée vers la droite.

Enfin, au niveau de l'Union Européenne, la courbe montre qu'entre 1984 et le début des années 2010, la pente de la courbe est significativement plus importante qu'avant, ce qui signifie que l'intensité énergétique est améliorée. « L'économie est plus efficace en pétrole, mais pas vraiment moins dépendante ; il y a toujours un lien direct entre pétrole consommé et PIB européen ». [MAN03]

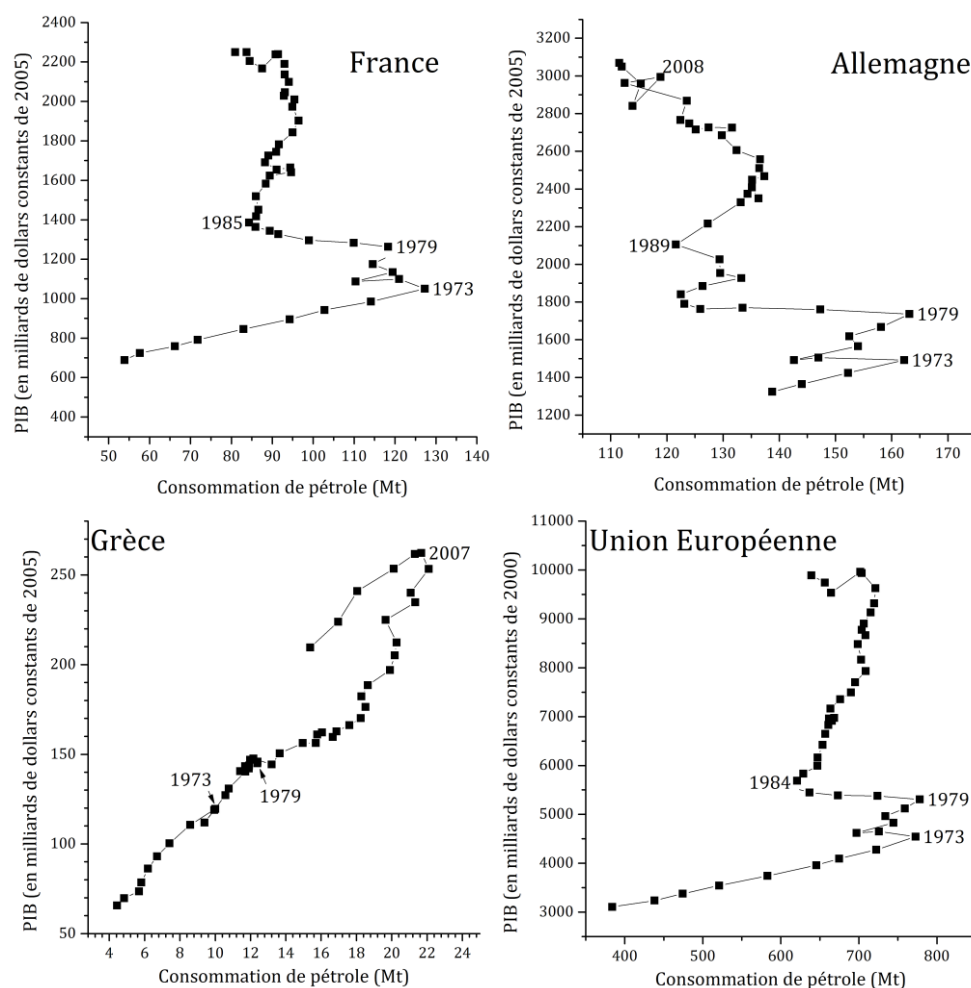


Figure D.14 – Représentation du PIB en milliards de dollars constants en fonction de la consommation de pétrole pour la France, la Grèce et l'Union Européenne entre 1965 et 2012 et entre 1970 et 2012 pour l'Allemagne. [BP13][BM13]

La Figure D.15 présente maintenant l'évolution du PIB des zones géopolitiques précédentes en fonction de l'énergie totale consommée. Les épisodes de 1973 et de 1979 sont toujours visibles mais maintenant, la France, la Grèce et l'Union Européenne présente une dépendance linéaire évidente entre le début des séries et le milieu des années 2000. Une rupture de pente est observée en 1979 pour la France et l'Union Européenne. La pente de la courbe augmente après 1979 signifiant, encore une fois, que l'intensité énergétique est améliorée. L'énergie est mieux utilisée ; avec un même accroissement d'énergie, il est possible de produire plus de PIB, donc plus de choses, après 1979 qu'avant.

La rupture de pente en 1979 n'est pas observée pour la Grèce ; il n'y a pas d'augmentation de la productivité de l'énergie directement après cette date. La rupture de pente grecque est plutôt observée en 2000.

Le profil de l'Allemagne, tout à fait singulier, reste le fruit de la réunification.

À la fin des années 2000, chacune des quatre zones géopolitiques montre une crosse tournée vers la gauche démontrant nettement l'influence de la consommation d'énergie sur le PIB. Cette évolution de courbe est aussi observée pour les PIB de l'Italie, de l'Irlande, des Pays-Bas, du Portugal, de l'Espagne et de la Grande-Bretagne (non représentés) en fonction de l'énergie primaire totale consommée. La Figure D.16 montre que la Suède présente aussi cette particularité entre 2005 et 2009. Toutefois, après 2009, la consommation d'énergie et le PIB sont repartis à la hausse. Enfin, cette même figure indique une corrélation excellente entre le PIB

mondial et la consommation mondiale d'énergie, avec un décrochage et une rupture de pente en 1979.

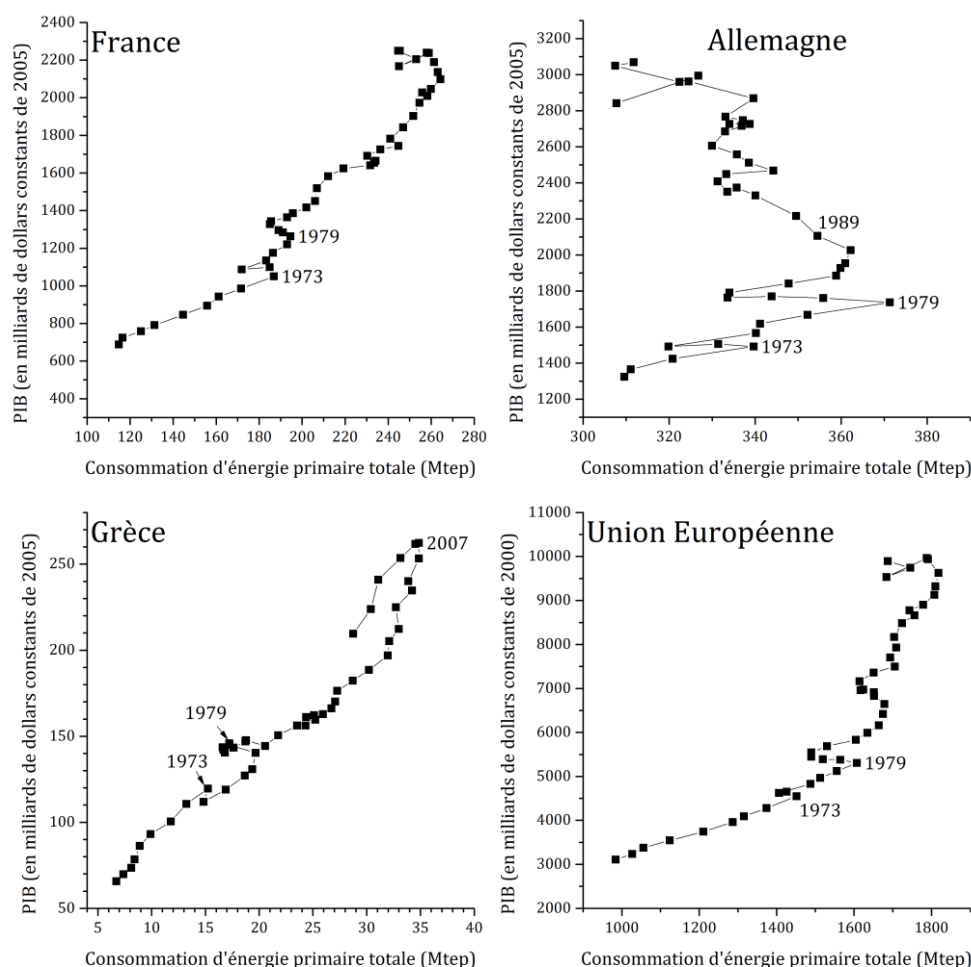


Figure D.15 – Représentation du PIB en milliards de dollars constants en fonction de la consommation d'énergie primaire totale pour la France, la Grèce et l'Union Européenne entre 1965 et 2012 et entre 1970 et 2012 pour l'Allemagne. [BP13][BM13]

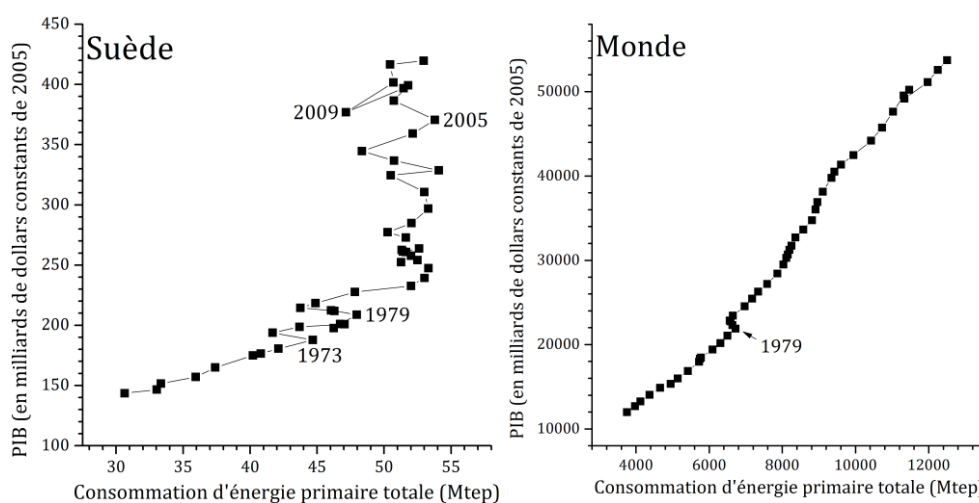


Figure D.16 – Représentation du PIB en milliards de dollars constants en fonction de la consommation d'énergie primaire totale pour la Suède et le monde entre 1965 et 2012. [BP13][BM13]

L'ensemble des pays du monde peuvent être classés en deux catégories : ceux qui appartiennent à l'OCDE et ceux qui n'en font pas partie. L'OCDE, ou l'organisation de coopération et de développement économique (*organisation for economic co-operation and development, OECD*) regroupe, selon l'Insee (Institut national de la statistique et des études économiques) « toute l'Europe occidentale et l'Amérique du nord, plus le Japon, l'Australie, la Nouvelle-Zélande, la Corée et, depuis 1995 et 1996, certains pays d'Europe centrale (République tchèque, Hongrie, Pologne) et, depuis 2010 le Chili, la Slovaquie, Israël et l'Estonie ». En première approximation, il s'agit du regroupement des pays « riches », déjà développés. Tous les autres pays, n'en font pas partie. Il s'agit notamment des pays dits émergents : Brésil, Russie, Inde, Chine, Afrique du Sud et des pays du Moyen-Orient. Tous ces pays possèdent, ensemble, une bonne partie des réserves prouvées de gaz, pétrole et charbon encore extractibles. Il est intéressant de constater sur la Figure D.17, que le profil de ces deux catégories de pays a singulièrement changé ces dernières années.

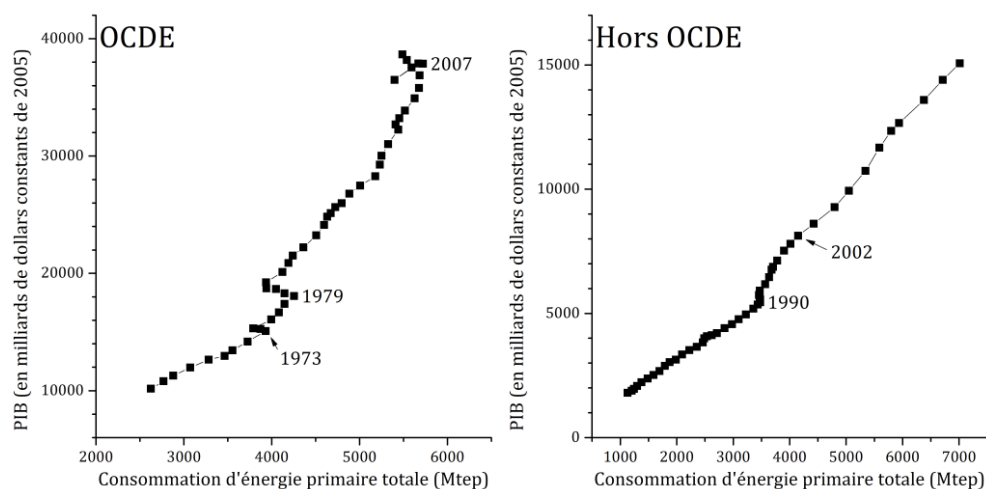


Figure D.17 – Représentation du PIB en milliards de dollars constants en fonction de la consommation d'énergie primaire totale pour les pays de l'OCDE et le reste du monde entre 1965 et 2012. [BP13][BM13]

Dans l'OCDE, la courbe du PIB en fonction de l'énergie totale consommée présente une crosse vers la gauche entre 2007 et 2009 ce qui signifierait que la récession observée dans les pays de l'OCDE depuis 2007 résulte, avant tout, d'une diminution de la consommation d'énergie. Il est bon de préciser que la valeur énergétique extraite des pays de l'OCDE en pétrole, gaz et charbon représente, depuis 2000, moins de 55 % de l'énergie totale consommée et moins de 67 % de l'énergie fossile consommée dans la zone. L'OCDE est plutôt une organisation importatrice d'énergie.

À l'inverse, la catégorie des pays hors OCDE a plutôt une réserve de charbon ou une capacité d'exportation d'énergie, sous forme de gaz ou de pétrole, importante. Elle est donc capable de couvrir d'abord ses propres besoins domestiques. La relation de proportionnalité entre le PIB et l'énergie consommée est valable depuis 1965, malgré une inflexion depuis 1990. En outre, depuis 2002, les points sont plus espacés ; c'est-à-dire que la croissance de la consommation d'énergie annuelle est plus importante depuis 2002. Depuis 2008, plus de la moitié de l'énergie mondiale est consommée par les pays hors de l'OCDE. La différence de comportement entre les pays de l'OCDE et le reste du monde indique une fracturation du monde en deux du fait de la différence d'accès à l'énergie, en faveur des détenteurs.

D.3. EXTRACTION DES COMBUSTIBLES FOSSILES

Le charbon, le gaz et le pétrole se sont formés à partir d'organismes vivants morts il y a quelques centaines de millions d'années par piégeage et décomposition dans la croûte terrestre. S'il est possible de considérer cette ressource comme renouvelable à l'échelle des temps

géologiques, à l'échelle humaine, ce n'est pas le cas. C'est pour cette raison que les ressources fossiles sont considérées comme non renouvelables bien que le mécanisme physique à partir duquel il est possible de les fabriquer soit tout à fait renouvelable. De cette façon, le stock de départ est donné une fois pour toute. Il en est de même pour la plupart des ressources naturelles comme les minerais permettant la production de métaux : la quantité de nickel, fer, magnésium, aluminium, etc. est donnée une fois pour toute. Une fois que le stock est épuisé, c'est fini ! Ainsi, le temps que dure le stock dépend de son volume, et de la vitesse à laquelle il est ponctionné.

Lorsqu'une réserve est exprimée, dans le journal, en durée de consommation, il est généralement considéré implicitement que la vitesse de ponction est constante, ce qui n'est jamais le cas. Comme cette vitesse de ponction croît généralement avec le temps, jusqu'à maintenant, le temps de réserve est finalement plus court. Par ailleurs, ce genre de considération ne dit rien pour la suite. De manière générale il vaut toujours mieux exprimer une réserve en volume, et montrer une grande circonspection sur la fiabilité de raisonnements basés sur le temps de consommation d'une réserve.

D.3.1. Le pic d'extraction

Lorsqu'un stock est fini, il n'est pas possible d'avoir une extraction annuelle croissante indéfiniment, ni même une extraction constante indéfiniment. Mathématiquement, la seule chose possible est une extraction nulle à $+\infty$ et à $-\infty$ et un maximum absolu entre les deux. L'intégrale de l'extraction est, au plus, égale au stock disponible. La production mondiale d'or, de vanadium, de praséodyme, de charbon ou encore de pétrole présentera un maximum absolu, ou un *pic*. Face à ce constat, trois questions sont à poser. « À quant au plus tard ? À quel niveau au plus haut ? Est-ce que c'est grave de passer le pic de manière involontaire, ou est-ce une catastrophe ? »

La Figure D.18 montre que le pic des découvertes mondiales de pétrole extractible date des années 1960. En ordre de grandeur, les découvertes actuelles ne représentent que quelques pourcents du total. En d'autres termes, elles ne changeront pas significativement le destin mondial d'autant que le capital et l'énergie nécessaire à leur extraction augmentent, en particulier dans les zones inhospitalières.

En ce qui concerne l'extraction de pétrole, la figure montre que la production mondiale qui croissait de manière importante depuis 1965 a fortement chuté depuis 1979. Entre 2004 et 2011, la production mondiale a peu augmentée. Elle est restée sensiblement constante autour de 30 milliards de barils soit environ 4100 Mt. Un petit sursaut est observé en 2012 mais il est peu probable que cela soit le signe d'une importante croissance à long terme.

En ce qui concerne le continent Européen, la Figure D.19 montre la production et les importations de pétrole de l'Union Européenne et de la Norvège. Il est très clair que la production est décroissante depuis l'an 2000 dans la zone Europe, et que les importations décroissent depuis 2000. Entre 2006 et 2012, l'Europe a perdu presque 15 % de sa consommation en pétrole. Elle en importe plus de 70 % et cette valeur monte à 90 % dans l'Union Européenne.

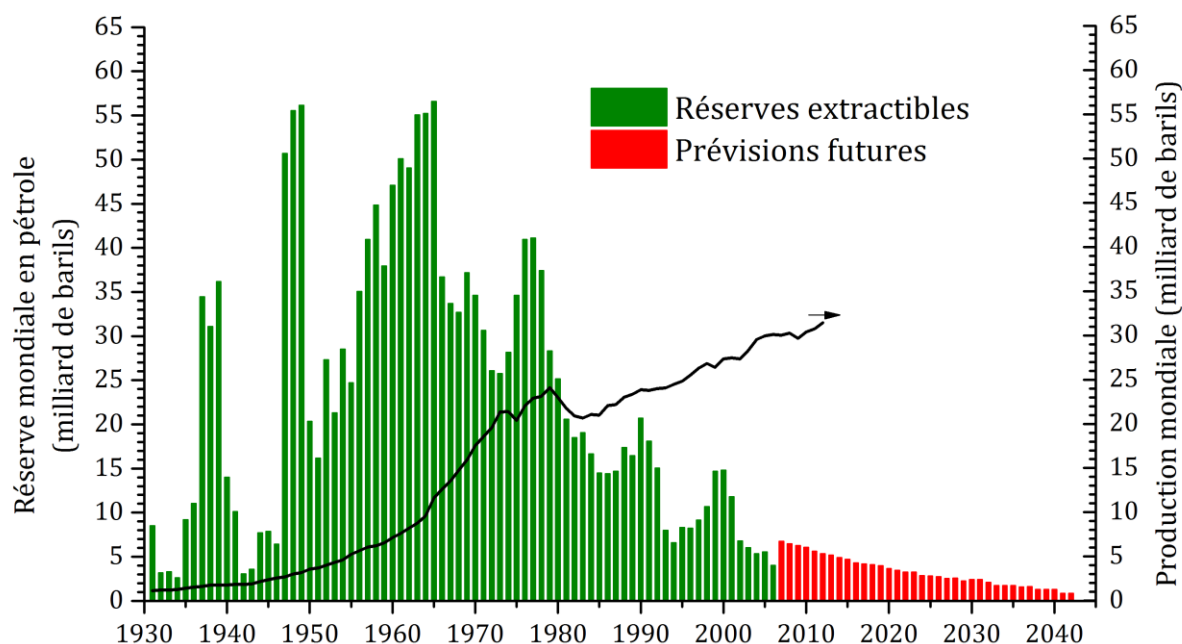


Figure D.18 – Évolution des découvertes annuelles mondiales en pétrole depuis 1931 et de l'extraction des réserves sur cette même période. La courbe d'extraction inclut le pétrole conventionnel, l'huile de schiste, le sable bitumineux, et le combustible liquide présent dans le gaz naturel. L'histogramme des réserves extractibles correspond à la quantité la plus probable (2P) qui peut être sortie du gisement au moment de sa découverte. Il s'agit des réserves ultimes. La totalité des réserves ultimes évaluées entre 1930 et 2006 s'élève à 1800 milliard de barils. En 2006, 1080 milliards de barils avaient été extraits et 1260 en 2012. [MAN04] sur données primaires Exxon.

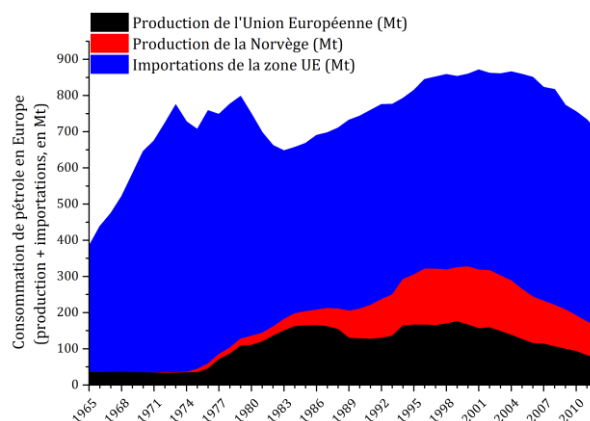


Figure D.19 – Production de pétrole dans l'Union Européenne et en Norvège entre 1965 et 2012 et importation de pétrole dans l'Union Européenne ; la Norvège n'importe pas de pétrole, elle l'extrait. Le total représente la consommation totale de pétrole de ces deux zones. [BP13]

Tandis que la production de gaz augmente dans le monde (Figure D.20), la tendance de la production européenne est à la baisse depuis 2004. Au niveau de la consommation totale, celle-ci baisse aussi du fait de la diminution tendancielle des importations depuis 2005.

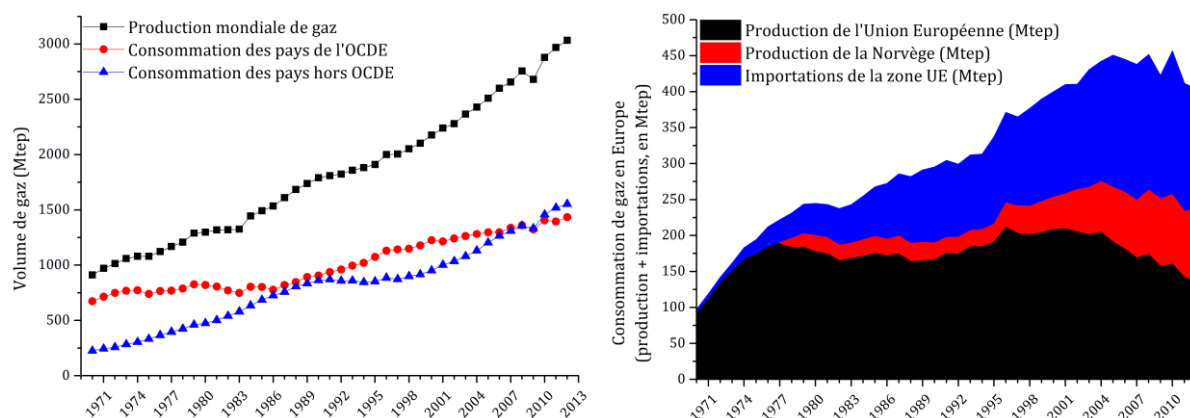


Figure D.20 – (a) Production mondiale de gaz et consommation des pays de l'OCDE et des pays hors OCDE (b) Production de gaz dans l'Union Européenne et en Norvège entre 1970 et 2012 et importation de gaz dans l'Union Européenne ; de même que pour le pétrole, la Norvège n'importe pas de gaz. Le total représente la consommation totale de gaz de ces deux zones. [BP13]

Si le niveau de consommation de gaz et de pétrole de 2006 avait été maintenu constant jusqu'en 2012, l'Union Européenne aurait transformée 435 Mtep fossiles de plus. Dans cette même période, la transformation d'énergie alternative représente 240 Mtep. La croissance des énergies alternatives ne suffit pas pour expliquer le déclin du charbon et du pétrole. En outre, il est difficile de voir dans ce déclin une volonté forte de la part de l'Union Européenne de réduire sa consommation d'énergie fossile, ou sa consommation d'énergie tout court ; ces dernières années, sa consommation de charbon a augmentée.

En fait, le déclin de la consommation de gaz et de pétrole dans l'Union Européenne provient plus vraisemblablement d'un effet d'éviction. En effet, la demande d'énergie mondiale est croissante avec l'émergence de nouveaux pays et l'augmentation de la démographie mondiale. Il y a donc moins d'énergie disponible pour les européens, d'autant plus que les réserves européennes diminuent. En outre, si le pétrole s'exporte facilement car liquide, l'exportation de gaz est plus difficile et se fait sur des distances plus courtes. C'est une énergie plus capitalistique dans la mesure où il est nécessaire de construire de grands gazoducs, ce qui justifie l'indexation de son prix sur celui du pétrole ; cela permet de maintenir la demande en gaz quel que soit le prix du pétrole, et donc rentabiliser l'investissement des infrastructures.

En ce qui concerne le charbon, c'est avant tout une énergie domestique qui s'exporte peu. Huit pays détiennent 9 % du charbon mondial comme l'indique la Figure D.21. Au niveau mondial, la croissance de la consommation mondiale de charbon provient uniquement de la Chine.

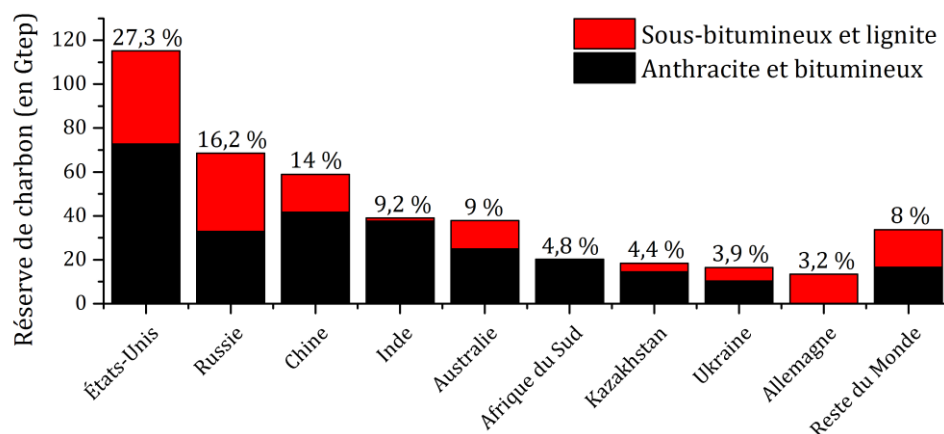


Figure D.21 – Réserves de charbon en milliard de tonnes équivalent pétrole selon quelques zones géographiques. Les valeurs en pourcents représentent la fraction détenue par la zone par rapport à la totalité des réserves. [BP13]

D.3.2. Le prix de l'énergie carbonée

Depuis quelques années, le prix du pétrole n'est plus corrélé au volume disponible. La Figure D.22 montre qu'entre 1998 et 2004, le prix est proportionnel au volume disponible : il y a une élasticité prix-volume. Depuis 2005, cette élasticité n'existe plus : le prix varie, à la hausse, pour un même volume disponible.

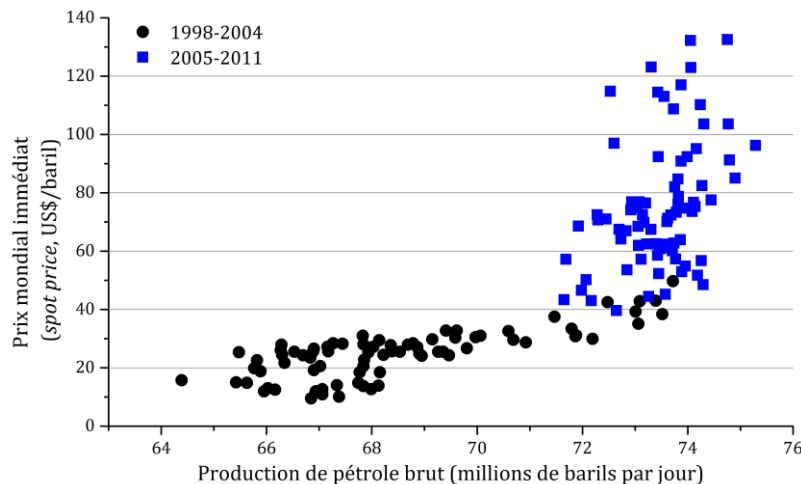


Figure D.22 – Prix mondial du pétrole en fonction de la production mondiale quotidienne. Chaque point représente un mois entre 1998 et 2011. L'ensemble des points présente un changement de comportement à partir de 2005 traduisant l'entrée du monde dans une nouvelle phase (phase shift) pour laquelle l'élasticité prix-volume du pétrole n'existe plus. Le prix du pétrole oscille de manière importante en réponse à de faibles changements dans la demande. [MUR12]

Le prix des hydrocarbures étant historiquement indexé sur celui du pétrole, il devient absolument impossible de prévoir le prix futur des hydrocarbures. Dans ces conditions, le dimensionnement d'un projet, ou la mise en place d'une nouvelle technologie doit se faire en tenant compte de différents scénarios possible.

D.4. LES ÉNERGIES RENOUVELABLES

La Figure D.23 montre que parmi les énergies dites renouvelables, celles qui ont le plus d'importance au niveau mondial, et de loin, sont le bois et la biomasse, et l'hydroélectricité.

En considérant le coût important des capitaux nécessaires au développement du photovoltaïque et de l'éolien, et le fait qu'il faille renouveler les installations tous les 10 à 15 ans, il n'est pas sûr que la croissance de l'éolien et du photovoltaïque soit dans le bon ordre de grandeur pour pallier la diminution des énergies fossiles et il n'est pas certain qu'il s'agisse de la meilleure façon d'investir. En outre, l'utilisation croissante de sources d'énergie *fatale*, c'est-à-dire aléatoire, participe à affaiblir le réseau électrique et à augmenter les investissements nécessaires pour dimensionner le réseau de façon à pouvoir supporter cette fatalité. L'électricité en coûtera d'autant plus chère.

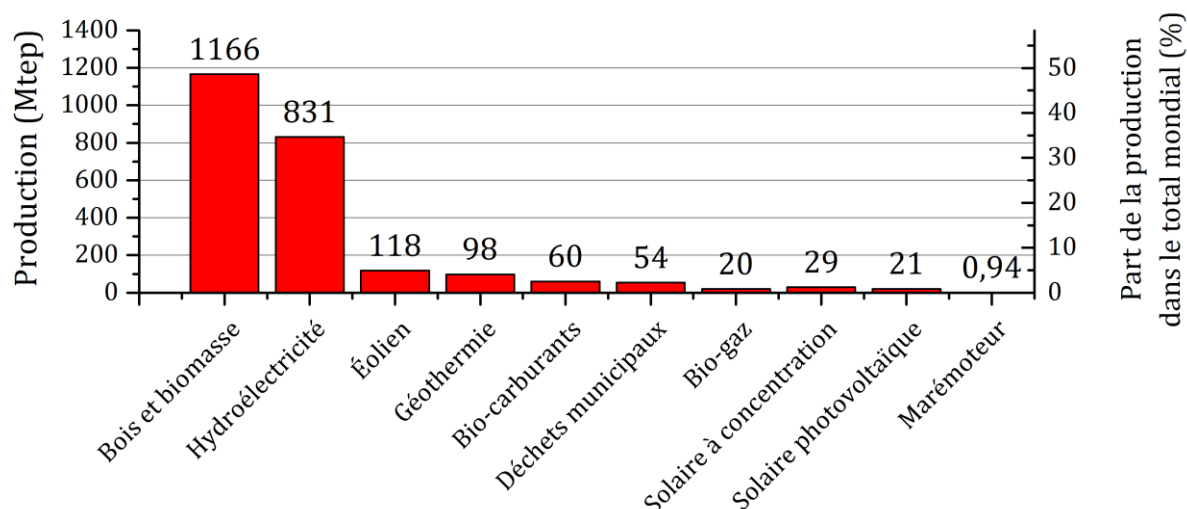


Figure D.23 – Contribution des diverses énergies dites « renouvelables » à l’approvisionnement énergétique mondial pour l’année 2012. Les données sont représentées en équivalent primaires. [MAN05]

D.5. LES CONSÉQUENCES EN EUROPE

Au final, le vieux continent a passé son pic de production de pétrole et de gaz. Dans le monde, il y a encore beaucoup de charbon mais il ne se situe pas en Europe. Dès à présent, l’Europe est sous stress de ressources énergétiques. Il a été vu qu’une diminution de la consommation énergétique induit une perte du PIB. Or, le PIB par personne représente le pouvoir d’achat. Une diminution de la consommation d’énergie induit donc une perte de pouvoir d’achat inexorable. Les discours politiques peuvent ignorer ou défier les lois de la physique mais ces lois ne peuvent être violées. L’énergie va coûter plus cher, sans qu’il soit possible d’évaluer son prix, et le pouvoir d’achat va diminuer ; il convient de le faire accepter.

Ainsi il est nécessaire aux acteurs politiques de proposer un projet de société encourageant pour le long terme. Il faut notamment prévoir les infrastructures de demain et repenser l’organisation du territoire. Les plans futurs doivent être basés sur une croissance nulle, voire une décroissance sous peine de gaspiller un peu plus les ressources et de perdre du temps. Les plans à croissance positives dénotent un grand amateurisme sur la question et apparaissent comme une escroquerie car ils ont peu de chance de se produire. Il reste à savoir si les démocraties modernes individualistes sont prêtes à sortir la tête du sable et à accepter de vivre avec moins d’énergie que leurs ancêtres, c’est-à-dire avec un pouvoir de transformation du monde moindre.

D.6. LE DÉRÈGLEMENT CLIMATIQUE

L’objectif de ce paragraphe est de présenter rapidement le sujet du « réchauffement climatique d’origine anthropique » et de préciser quelques idées sur sa signification réelle.

La Figure D.24 montre l’évolution de la température moyenne à la surface du globe terrestre entre 1850 et 2005. Il y a une nette augmentation de la température moyenne depuis 1980. Des données plus récentes du *Met Office* indiqueraient que l’augmentation de la température moyenne à la surface du globe atteindrait actuellement un plateau. [MET13]

Le système climatique est un système complexe pour lequel une quantité importante de phénomène de rétroaction positive ou négative intervient parmi lesquels la couverture végétale, les couvertures nuageuse et neigeuse qui modifient l’albédo, les écarts de température sol-air, les courants marins, l’absorption du CO₂ par l’océan, le cycle solaire, etc. De fait, le système climatique possède une inertie très importante, principalement du fait de la masse des océans, et une observation sur quelques années ne suffit pas pour commenter le phénomène. Seule un

suivi sur plusieurs décennies permet de cerner le problème. En outre l'évolution de la température dans un pays particulier pendant quelques années ne dit absolument rien sur l'évolution de la moyenne mondiale.

Environ la moitié du carbone relâché par l'activité humaine est très rapidement absorbée par l'océan et les végétaux. Le reste est retenu dans l'atmosphère et participe à augmenter l'effet de serre naturel. Mais du fait de l'inertie importante du système, les effets des émissions d'aujourd'hui ne seront pas visibles avant au moins 20 ans. Si un inconfort climatique intervient à ce moment-là, il est fort probable que ce sera pire ensuite. En tout état de cause, le plateau de température qui semble être observé ne présuppose en rien de l'évolution future de la température.

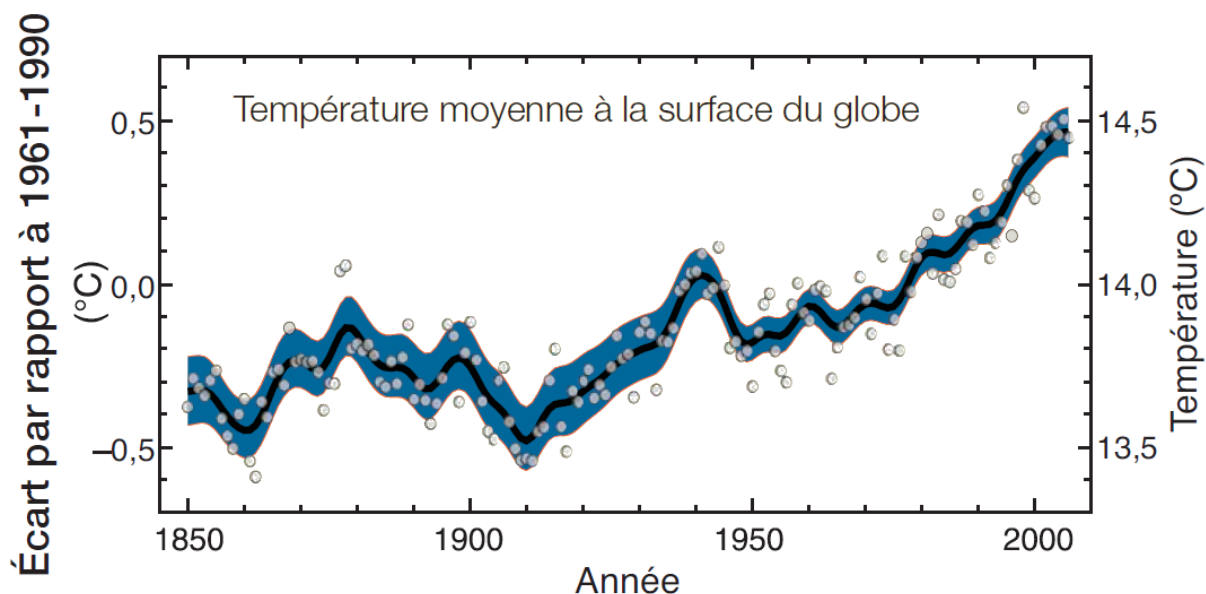


Figure D.24 – Variations observées de la température moyenne à la surface du globe. Les écarts sont calculés par rapport aux moyennes pour la période 1961-1990. La courbe lissée en noir représente les moyennes décennales, et les cercles correspondent aux valeurs annuelles. Les zones ombrées représentent les intervalles d'incertitude qui ont été estimés à partir d'une analyse poussée des incertitudes connues. [GIE07]

La Figure D.25 (a) présente la décomposition des gaz à effets de serre (GES) d'origine anthropique en 2004 et la Figure D.25 (b) donne la contribution des différents secteurs aux émissions totales la même année. Un quart des émissions de GES sont le fruit de la production d'électricité à base de combustibles fossiles, essentiellement charbon et gaz (cf. Figure D.9). Une bonne partie des émissions concerne ensuite l'agriculture, car le déboisement a, en grande partie, pour but de mettre à disposition de nouvelles terres cultivables. Les céréales alors produites permettent de nourrir les animaux qui sont consommés par les êtres humains. La production de viande animale est fortement productrice de GES. Ensuite, vient l'industrie qui utilise notamment du gaz ou de l'électricité d'origine fossile pour sa production. Finalement, les transports, la construction de bâtiments et le maintien d'une température de vie décente des logements représentent encore une part importante des émissions de GES. Ainsi, tous les secteurs de la vie quotidienne sont touchés. La diminution des émissions de GES passe par des économies d'énergie massives et il est illusoire de penser que le progrès technique seul permettra de régler le problème.

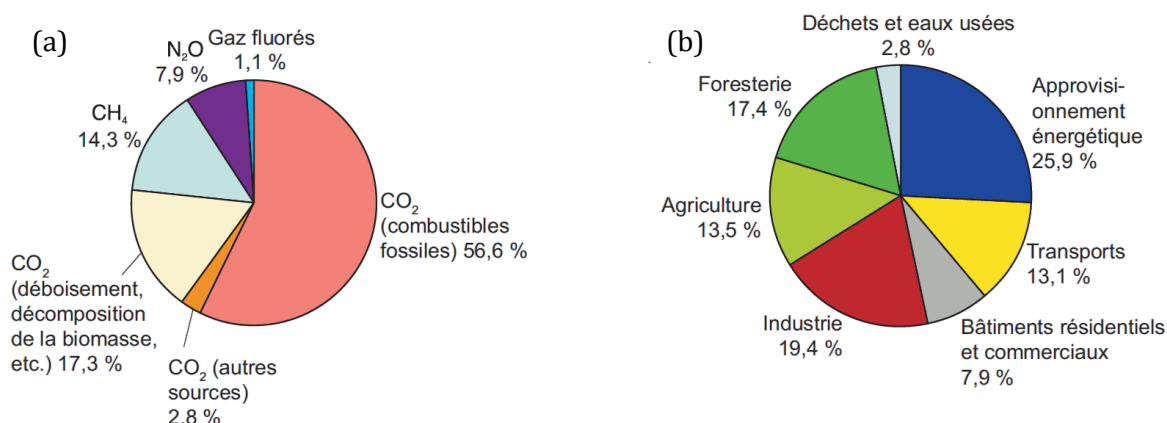


Figure D.25 – Parts respectives des différents gaz à effet de serre anthropiques (GES) dans les émissions totales de 2004, en équivalent CO₂, (b) Contribution des différents secteurs aux émissions totales de GES anthropique en 2004, en équivalent CO₂. La foresterie inclut le déboisement. [GIE07]

Dans l'absolu, ne serait-ce que de la finitude des ressources fossiles, il y aura un pic des émissions de GES. L'ampleur du dérèglement climatique dépendrait de la période à laquelle apparaîtra ce pic. Le [Tableau D.7](#) indique les augmentations attendues de la température et du niveau de la mer dû à la seule dilatation thermique en fonction de la date du pic d'émission de GES.

Concentration atmosphérique en CO ₂ au moment de la stabilisation	Concentration atmosphérique tous GES confondus en équivalent CO ₂	Année du pic d'émission de CO ₂	Augmentation de la température moyenne du globe à l'équilibre par rapport à 1850	Augmentation du niveau de la mer à l'équilibre par rapport à 1850 en ne tenant compte que de la dilatation thermique
ppm	ppm	année	°C	mètres
350-400	445-490	2000-2015	2,0-2,4	0,4-1,4
400-440	490-535	2000-2020	2,4-2,8	0,5-1,7
440-485	535-490	2010-2030	2,8-3,2	0,6-1,9
485-570	490-710	2020-2060	3,2-4,0	0,6-2,4
570-660	710-855	2050-2080	4,0-4,9	0,8-2,9
660-790	855-1130	2060-2090	4,9-6,1	1,0-3,7

Tableau D.7 – Caractéristique des scénarios de stabilisation et élévation résultante, à l'équilibre et à long terme, de la température moyenne à la surface du globe et du niveau de la mer due à la seule dilatation thermique. [GIE07]

La [Figure D.26](#) présente l'aspect de l'Europe il y a 20 000 ans lors du précédent maximum glaciaire. La Scandinavie était alors recouverte de glace. La glace présente sur Terre piégeait suffisamment d'eau pour abaisser le niveau de l'océan de 120 mètres. L'accès au Royaume-Uni depuis la France était possible à pied. La couverture végétale d'alors est sensiblement différente de celle qui existerait actuellement sans la présence humaine massive. L'écart de température mondiale entre ces deux périodes est de 5 °C, et l'augmentation s'est produite en 10 000 ans. [JAN13]

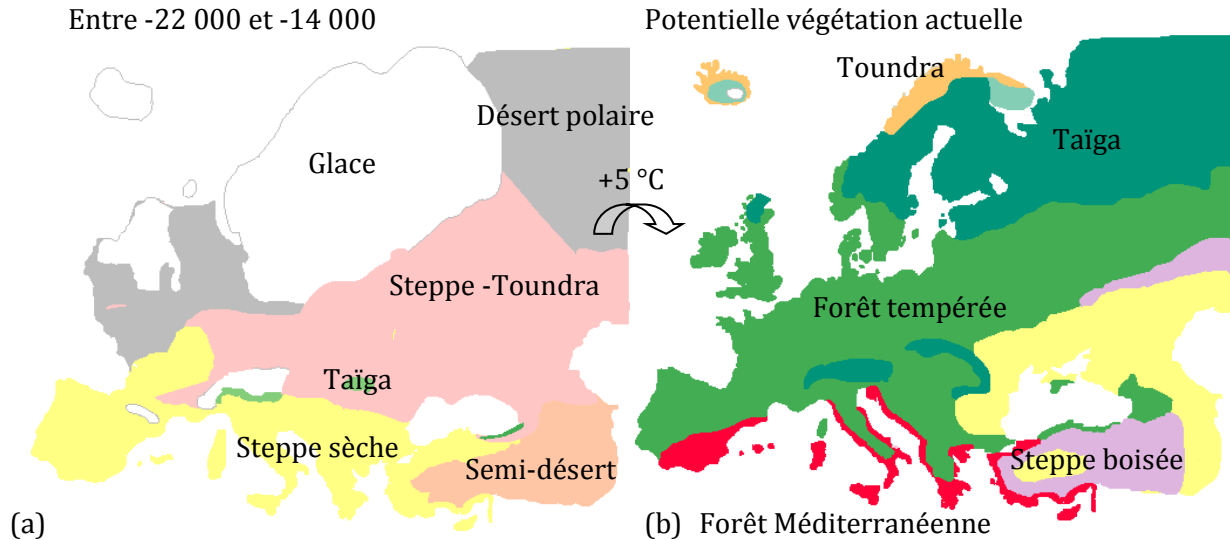


Figure D.26 – (a) Végétation présente en Europe pendant le dernier maximum glaciaire il y a environ 20 000 ans. L'Europe du nord est couverte de glace et le reste est essentiellement recouvert de steppe et de toundra, c'est-à-dire d'un écosystème de type nord-sibérien actuel. (b) Végétation qui serait présente actuellement si l'Homme n'était pas là pour défricher le terrain. Le continent est essentiellement recouvert de forêts tempérées et de forêts boréales (taïga) ; les conditions de température et principalement de pluviométrie sont suffisamment bonnes pour le développement d'écosystèmes abondants. [ADA13][CNR13]

Les données présentées dans le tableau précédent, indiquent que si rien n'est fait pour diminuer les émissions de GES, une augmentation de température de 5 °C en un siècle est attendue selon les modèles. Le système climatique n'est probablement pas conçu pour encaisser paisiblement une telle évolution. L'humanité d'alors, composée de 5 millions d'individus nomades, a pu s'accommoder de ce changement [MAN06]. Nul doute qu'une modification de la même intensité appliquée à une humanité de plus de 7 milliards d'individus sédentaires, se fera dans des conditions plus difficiles. Même si le réchauffement se limite et se stabilise à 2 ou 3 degrés, l'impact sur les écosystèmes risque d'être important.

Ainsi l'appellation « réchauffement climatique » cache des effets beaucoup plus traitres qu'une simple augmentation de la température. Le cycle de l'eau qui est plus déterminant pour les écosystèmes installés que la variation de température va aussi subir des modifications. L'humidité des sols, primordiale pour la vie végétale sera modifiée, tandis que la vitesse de déplacement d'une forêt n'excède pas quelques mètres par an...

Avec la différence croissante de température entre le sol et l'atmosphère, les phénomènes violents de convection qui restitue l'énergie du sol vers l'atmosphère tels que les tornades, cyclones, ouragans et orages, seront vraisemblablement plus fréquents. Les installations industrielles devront être conçues en conséquence...

La montée des eaux mettrait à mal les infrastructures posées en bord de mer, telles que ports ou centrales électriques thermiques, en particulier lors d'épisodes climatiques violents. Le danger de la montée du niveau de l'océan du fait de la fonte des glaciers et de la dilatation thermique provient avant tout du comportement de l'eau lors d'épisodes climatiques violents. Les installations en bord de rivières risqueraient d'autant plus d'être touchées par des inondations.

Les épisodes de froid intense, de pluies intenses ou de canicule pourraient impacter fortement les récoltes agricoles.

L'augmentation de la proportion de gaz à effet de serre dans l'atmosphère trouve un certain équilibre avec l'océan qui en dissout une certaine partie. Ce dernier s'acidifie, et influence la vie des organismes marins qui ont besoin de synthétiser du calcaire.

L'augmentation de la température mondiale permettrait la libération des hydrates de méthane actuellement prisonnier dans des zones gelées en permanence comme le continent Arctique.

Enfin, il peut être cité la prolifération des agents pathogènes. Certaines maladies africaines pourraient arriver à des latitudes plus hautes du fait du réchauffement. D'autres agents pathogènes pourraient voir le jour.

Tous ces changements *potentiels* ont, évidemment, un effet rétroactif sur le climat et sur l'activité humaine dont il est difficile d'évaluer l'impact réel. En définitive, si le pic des émissions de GES n'est pas géré de manière volontaire, alors même que dans ce cas ce sera désagréable par rapport au mode de vie actuel, le système se chargera de le gérer à sa façon, et probablement de manière plus désagréable encore.

Même dans le cas où les rapports du Groupe d'experts intergouvernemental sur l'évolution du climat (GIEC) surévaluent l'évolution probable des températures, le problème de l'approvisionnement énergétique européen et de la dépendance économique et sociale de la zone envers les combustibles fossiles demeure. En outre les « générations futures » concernées par ces problématiques sont en fait les générations déjà présentes.

RÉFÉRENCES

Annexe A.

- [BAR03] Brice Barret, *Inversion et caractérisation de profils de constituants atmosphériques à partir de mesure FTIR sol*, Thèse, Bruxelles : Université libre de Bruxelles, 200 p., (2003)
- [ASH02] Neil W. Ashcroft, N. David Mermin, *Physique des solides*, EDP Sciences, (2002), ISBN : 2-86883-577-5
- [ASL05] Claude Aslangul, *Application de la mécanique quantique*, cours chapitre 10, (2005-2006), cours en ligne <<http://www.phys.ens.fr/cours/cours-mip/>>, consulté en décembre 2010 (*)
- [ASL08] Claude Aslangul, *Mécanique quantique 2 : Développements et applications à basse énergie*, Volume 2, De Boeck (2008), ISBN : 978-2-8041-58881-1
- [ASL12] Claude Aslangul, Claude Aslangul pour De Boeck : le principe d'incertitude, De Boeck Editions, (17 avril 2012), <http://www.youtube.com/watch?v=Jv2a5qInmpw>
- [ASP94] Alain Aspect, Jean Dalibard, *Le refroidissement des atomes par laser*, La recherche 261, Volume 25, 30-37, (Janv. 1994) (*)
- [BIE06] Émile Biémon, *Spectroscopie atomique : Instrumentation et structures atomiques*, De Boeck Université, (2006), ISBN : 2-8041-5035-6
- [BIE08] Émile Biémont, *Spectroscopie moléculaire : Structures moléculaires et analyse spectrales*, De Boeck Université, (2008), ISBN : 978-2-8041-5065-5
- [BRI14] Léon Brillouin, *Diffusion de la lumière par un corps transparent homogène*, Comptes Rendus 158, 1331-1334, (1914)
- [CAG02] Bernard Cagnac, Jean-Pierre Faroux, *Lasers: interaction lumière-atomes*, EDP Sciences et CNRS Éditions, (2002), ISBN :2-86883-528-7 (EDP Sciences) ou 2-271-05954-2 (CNRS Éditions)
- [CAL08] Cyril CALIOT, *Modélisation et simulation de l'émission énergétique et spectrale d'un jet réactif composé de gaz et de particules à hautes température issus de la combustion d'un objet pyrotechnique*, Thèse Energétique et Transferts, Toulouse, Institut national Polytechnique de Toulouse, 208 p., (2006)
- [COH01] Claude Cohen-Tannoudji, Jacques Dupont-Roc, Gilbert Grynberg, *Processus d'interaction entre photons et atomes*, EDP Sciences, (2001), ISBN : 22-86883-358-6
- [COH95] Gilles Cohen-Tannoudji, « Le temps des processus élémentaires », *Le temps et sa flèche*, Éditions Frontières, 93-131, (1995)]
- [DEL04] Laurent Delaire, *Caractérisation de sources plasmas dédiées à la simulation de rentrées atmosphériques et au traitement de polluants : arc soufflé basse pression et décharge glissante atmosphérique*, Thèse Physique, Énergétique, Rouen : Université de Rouen, 163 p., (2004)
- [EFP13] Cours de Physique du solide de l'École Polytechnique Fédérale de Lausanne, *chapitre 3 : La dynamique du réseau. La notion de phonon.* < http://ipn2.epfl.ch/LNS/lectures/solid/cours/Chapitre_3.pdf >, consulté fin avril 2013 (*)
- [GRE99] Walter Greiner, Francis Jundt, H.Curien, *Mécanique quantique : une introduction*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, (1999), ISBN : 3-540-64347-8
- [HEC03] Eugène Hecht, *Physique*, De Boeck Université, (2003), ISBN : 2-7445-0018-6
- [HEI72] Werner Heisenberg, *Les principes physiques de la théorie des quanta*, Collection « Discours de la méthode », Gauthier-Villars, (1972)
- [HIT11] Site internet de la base de données HITRAN, <http://www.cfa.harvard.edu/HITRAN/>, consulté le 15 mai 2011 (*)
- [HOR09] H. Horvath, *Gustav Mie and the scattering and absorption of light by particles: Historic developments and basics*, Journal of Quantitative Spectroscopy & Radiative Transfer 110, 787-799, (2009)
- [INI96] Jose Carlos del Toro Iniesta, *On the discovery of the Zeeman effect on the sun and in the laboratory*, Vistas in astronomy, Vol. 40, No 2, 241-156, (1996)

-
- [KLE01] Étienne Klein, *Conférences Cité physique quantique*
- [KLE12] Étienne Klein, *Que diraient les équations de la physique si elles pouvaient parler, Cours introductif de philosophie des sciences*, École Centrale Paris, 2012
- [LAC00] Étienne du Trémolet de Lacheisserie, *Magnétisme, I – Fondements*, EDP Sciences, (2000), ISBN : 2-86883-463-9
- [LER98] Jean-Louis Leroy, *La polarisation de la lumière et l'observation astronomique*, Gordon and Breach Science Publishers, (1998), ISBN : 90-5699-110-8
- [MER04] Gabriel Merle, *L'univers et nous*, Publibook, (2004), ISBN : 2748304853
- [MIE08] Gustav Mie, *Beiträge zur Optik trüber Medien, speziell kolloidaler Metallösungen*, Ann. Phys. 25, 377-445, (1908)
- [MIL03] Jean-Jacques Milan, Diffusion dans les milieux troubles, (2003), http://www.artkaos.net/contenu/cours_de_photo/OD.14.pdf, consulté le 16 mai 2011 (*)
- [MOU11] F. Moulin, Document de l'ENS Cachan, TP n°11, http://www.physique.ens-cachan.fr/laboratoire/experiences/fichiers/effet_zeeman.pdf, consulté le 16 mai 2011 (*)
- [NAV13] R. Nave, Blue Sky, <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbase/atmos/blusky.html>, consulté fin mars 2013, (*)
- [OMN00] Roland Omnès, *Comprendre la mécanique quantique*, EDP Sciences, (2000), ISBN : 2-86883-470-1
- [ONO08] Fabrice Onofri, *Rappels sur la diffusion de la lumière. Différences liées aux propriétés des particules, du fluide et de l'éclairage*, 23^{ème} Journées Thématique de l'AFVL, (29 Mai 2008)
- [ORS80] A. Orszag et G. Hepner, *Les lasers et leurs applications*, Masson, (1980), ISBN : 2-225-64053-X
- [PAR11] Michael A. Parker, Site internet sur le portail de l'université du New Jersey, <<http://www.ece.rutgers.edu/~maparker/ClassFrame.html>>, 581 *Intr. Solid State*, Outline & Book, chapitre D.11, consulté le 25 mai 2011 (*)
- [PAR98] L.C. Parlett, *Laser-induced ESR shifts in the sodium atom spectrum*, Chemical Physics Letters 296, 571-578, (1998)
- [PRE09] A. Predoi-Cross et al., *Temperature dependances for air-broadened Lorentz half-width and pressure shift coefficients in the 3001300001 and 30001200001 bands of CO₂ near 1600nm*, Can. J. Phys. Vol. 87, 517-535, (2009)
- [RAH06] Naïm Rahal, *Stratégie d'inversion d'une distribution verticale des principaux isotopologues de la vapeur d'eau à partir de mesures FTIR sol*, Thèse, Bruxelles : Université libre de Bruxelles, 66 p., (2006)
- [REU03] Paul Reuss, *Précis de neutronique*, EDP Sciences (2003), ISBN : 2-86883-637-2
- [ROT04] François Rothen, *Et pourtant, elle tourne !*, Presses polytechniques et universitaires romandes, (2004), ISBN : 2-88074-603-5
- [ROT09] L. S. Rothman et al., *The HITRAN 2008 molecular spectroscopic database*, Journal of Quantitative Spectroscopy & Radiative Transfer, 110, 533-572, (2009)
- [SCH10] E. F. Schubert, *Physical Foundations of Solid-State Device, cours chapitre 05: The Heisenberg uncertainty principle*, http://www.fulviofrisone.com/attachments/article/403/physical_foundations_of_solid_state_devices_2006.pdf, consulté en mai 2013 (*)
- [SCH33] E. Schrödinger, *Mémoires sur la mécanique ondulatoire*, Librairie Alcan, 1933
- [SER92] Raymond A. Serway, *Physique 3 : Optique et physique moderne*, Éditions Études Vivantes, (1992), ISBN : 2-8041-1606-9
- [SKO03] Douglas A. Skoog, F. James Holler, Timothy A. Nieman, *Principe d'analyse instrumentale*, De Boeck, (2003), ISBN : 2-7445-0112-3
- [SPO08] Bruno Sportisse, *Pollution atmosphérique : Des processus à la modélisation*, Springer-Verlag France, (2008), ISBN : 987-2-287-74961-2
- [STO63] John M. Stone, *Radiation and optics*, McGraw-Hill Book Company, (1963)
- [TEL13] Randy Telfer, The Zeeman effect, Johns Hopkins University website, (1998), <http://www.pha.jhu.edu/~rt19/hydro/node10.html>, consulté fin avril 2013(*)

-
- [THE05] V. Theillet, L. Panossian Février, *L'effet Doppler-Fizeau*, Présentation, 2005
 - [TOM84] K. Toman, *Doppler and the Doppler Effect*, Technical memo., Rome Air development center Griffiss AFB NY, (1984)
 - [VAL02] Olivier Vallée, *Rayonnement des plasmas et profil des raies spectrales*, Technique de l'ingénieur, ref: af3561, 11 janvier 2002
http://en.wikipedia.org/wiki/Transverse_mode, consulté en mars 2013

Annexe B.

- [GUP04] S.C. Gupta, *Textbook On Optical Fiber Communication And Its Applications*, PHI Learning Pvt.Ltd., (1 oct 2004)
- [KEO99] Walter Keochner, *Solide-state Laser Engineering*, Fifth revised and updated Edition, Springer, (1999)
- [MAT13] <http://mathworld.wolfram.com/AssociatedLaguerrePolynomial.html>, consulté en mars 2013
- [WIK13] http://en.wikipedia.org/wiki/Transverse_mode, consulté en mars 2013

Annexe D.

- [ADA13] Jonathan Adams, *Compilation*, <http://www.esd.ornl.gov/projects/qen/nercEUROPE.html>, consulté en octobre 2013
- [BM13] La banque mondiale, www.data.worldbank.org
- [BP13] BP, *Statistical review 2013*, www.bp.com/statisticalreview
- [CNR13] Document vidéo du CNRS, <http://www.cnrs.fr/cw/dossiers/dosclim>, consulté en 2013
- [DAH04] Jeffrey B. Dahmus and Timothy G. Gutowski, *An Environmental Analysis of Machining, Proceedings of IMECE2004, 2004 ASME International Mechanical Engineering Congress and RD&D Expo*, Anaheim, California, USA, November (13-19,2004)
- [GIE07] GIEC, 2007 : Bilan 2007 des changements climatiques. Contribution des Groupes de travail I, II et III au quatrième Rapport d'évaluation du Groupe d'experts intergouvernemental sur l'évolution du climat [Équipe de rédaction principale, Pachauri, R.K. et Reisinger, A. (publié sous la direction de~)]. GIEC, Genève, Suisse, ..., 103 pages
- [HAM08] Prof. Geoff Hammond and Craig Jones, *Inventory of Carbon & Energy (ICE)*, version 1.6a, University of Bath, (2008), www.bath.ac.uk/mech-eng/sert/embodied/
- [IAI03] International Aluminium Institute, *Life cycle assessment of aluminium: Inventory data for the worldwide primary aluminium industry*, (March 2003)
- [JAN13] Jean-Marc Jancovici, www.manicore.com
- [KLE12] Étienne Klein, *De quoi l'énergie est-elle le nom*, conférence Cyclope du CEA Saclay, (18 décembre 2012)
- [KLE13] Étienne Klein, La puissance du concept d'énergie, *Les clefs du CEA* N° 61, (Printemps 2013)
- [MAN01] www.manicore.com/documentation/esclaves.html, consulté en 2013
- [MAN02] www.manicore.com/documentation/serre/consommation.html, consulté en 2013
- [MAN03] www.manicore.com/documentation/chiffre_energie.html, consulté en 2013
- [MAN04] www.manicore.com/documentation/petrole/pic_futur_petrole.html, consulté en 2013
- [MAN05] www.manicore.com/documentation/part-eolien.html, consulté en 2013
- [MAN06] www.manicore.com/documentation/serre/passe.html, consulté en 2013
- [MET13] Met Office, <http://www.metoffice.gov.uk>
- [MUR12] James Murray, David King, Oil's tipping point has passed, *Nature*, Vol 481, 433-435, (20 January 2012)

-
- [ORS80] Alain Orsazag et Georges Hepner, Les lasers et leurs applications, Masson, (1980)
- [TEL12] Cassandra Telenko and Carolyn Conner Seepersad, A Comparison of the Energy Efficiency of Selective Laser Sintering and Injection Molding of Nylon Parts, *Rapid Prototyping Journal* 18-(6), 472-481, (2012)]
- [THI06] Alexandre Thiriez and Timothy Gutowsky, An Environmental Analysis of Injection Molding, *IEEE International Symposium on Electronics and the environment*, San Francisco, California, USA, (May 8-11 2006)

Fonctionnement et singularités du procédé de fusion laser sélective. Illustration par application à deux superalliages à base nickel et considérations énergétiques.

RÉSUMÉ : Le procédé de fusion sélective par laser est un des nombreux procédés de fabrication additive qui permet la production rapide de pièces à partir d'un fichier CAO (conception assistée par ordinateur) et de lits de poudre. Après une description du fonctionnement du procédé par l'intermédiaire de ses paramètres opératoires, le manuscrit décrit les travaux entrepris pour l'élaboration de pièces en Inconel 625. Ce superalliage à base nickel a fait l'objet d'une étude paramétrique pour déterminer un jeu de paramètres optimal permettant de produire des pièces saines. Cette étude est basée sur des considérations énergétiques qui visent à maximiser le rendement de conversion de l'énergie électromagnétique en énergie thermique tout en assurant la cohésion entre couches. Des essais de traction valident la stratégie employée au niveau de l'étude paramétrique. Un second alliage est étudié, l'Inconel 738 qui est un superalliage renforcé par la précipitation d'une phase γ' -Ni₃(Al,Ti). Les travaux entrepris ne concernent pas l'élaboration mais la caractérisation de l'alliage. Il est mis en évidence que celui-ci est dans un état hors de l'équilibre thermodynamique lorsque produit par fusion laser sélective. La précipitation de la phase durcissante n'est pas complète. Ce constat peut permettre d'éviter la fissuration de l'alliage pendant la fabrication en adaptant les paramètres opératoires, notamment au niveau du préchauffage. Une étude sur les traitements thermiques montre que la gamme appliquée traditionnellement à l'alliage coulé ne convient pas pour l'alliage élaboré par fusion sélective ; cette étude ouvre sur des alternatives. Enfin, ces travaux apportent quelques éléments de réponse quant à la pertinence énergétique du procédé.

Mots clés : fusion laser sélective, métallurgie des poudres, alliage de nickel, fissuration, hors d'équilibre

Idiosyncrasy and operating of the selective laser melting process. Application on two nickel-based superalloy and energetic account.

ABSTRACT: The selective laser melting (SLM) process is one of the many additive manufacturing processes that allow to rapidly build a part from a computer-aided design (CAD) file and from a powder bed. The work described here deals with the different parameters related to the process, namely the building platform stepping and the laser radiation and its interaction with the metallic matter. The first Ni-based superalloy studied here is Inconel 625 which has been subjected to a parametric study with an energetic approach. It was all about finding the maximum in the conversion of electromagnetic energy into thermal energy. Tensile tests validate the use of the energetic strategy for this alloy. The second studied alloy is Inconel 738 which is hardened by fine γ' -Ni₃(Al,Ti) precipitates. Microstructure observations and differential thermal analysis reveal that the γ' precipitation is not complete when the alloy is processed by SLM. This leads to give clues for crack-free processing by adjusting the parameters and especially the preheating feature. Different heat treatments on SLMed materials have been investigated. It appears that the standard procedure applied on cast alloy to reach proper microstructure for good mechanical properties is not adapted to the SLMed alloy. New standards must be defined to comply with the initial out of equilibrium state. Last but not least, the manuscript gives information regarding the energetic use of the process which should be compared with the will of environmental impact reduction policy called by the process.

Keywords : selective laser melting, powder metallurgy, Ni-based alloy, cracking, out of equilibrium

